

(11)Publication number:

2003-303711

(43)Date of publication of application: 24.10.2003

(51)Int.CI.

H01F 1/24

B22F -1/02 --

(21)Application number: 2002-065515

(71)Applicant: JFE STEEL KK

(22)Date of filing:

11.03.2002

(72)Inventor: UEDA MASATERU

NAKAMURA NAOMICHI

(30)Priority

Priority number : 2001090884

Priority date : 27.03.2001

Priority country: JP

2001172529 2001364658 07.06.2001 29.11.2001

2002030142

06.02.2002

JP

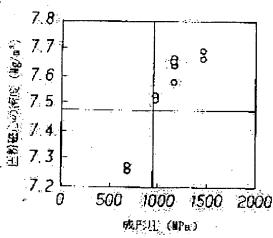
JP

(54) IRON BASE POWDER AND DUST CORE USING THE SAME. AND METHOD OF MANUFACTURING IRON BASE POWDER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide iron base powder having a heat-resistant insulating film and a dust core.

SOLUTION: A coating material containing a silicon resin and pigment is added to powder as a raw material having iron as a main component, and the material and powder are stirred and mixed. After that, drying treatment is performed to form a film containing the silicon resin and pigment on the surface of the iron base powder. The ratio of the silicon resin content to the pigment content in the film is preferably 0.01 or higher and under 4.0 for mass ratio. The pigment preferably has more than one or two kinds among metal oxide, metal nitride, metal carbide, mineral and glass. The coating material may be sprayed onto the iron base powder in a flowing state. As the underlayer of the film, the film containing more than one or two kinds among a Si compound, Ti compound, Zr compound, P compound and Cr compound may be formed.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

28.05.2004

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

3

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2003-303711 (P2003-303711A)

(43)公開日 平成15年10月24日(2003.10.24)

(51) Int.Cl.7		識別記号	FI.		. 7	-マコード(参考)
H01F	1/24		H01F	1/24		4K018
B 2 2 F	1/02		B 2 2 F	1/02	С	5 E 0 4 1
					F.	

審査請求	朱龍朱	請求項の数9	OL	(全34頁)
Frd	× 1 -4414 4-3 4	M4444 > 1 - 2 DO O	~~	_ ~ ~ ~ \

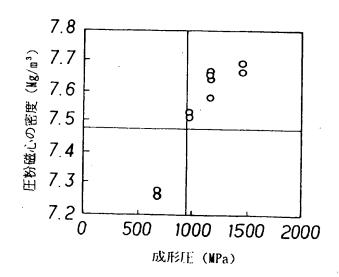
(32) 優先日 平成13年 3 月27日 (2001. 3. 27) (33) 優先権主張国 日本 (JP) (72) 発明者 中村 尚道 「荣集千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! (31) 優先権主張国 日本 (JP) (74) 代理人 100099531 (31) 優先権主張番号 特顧2001 - 364658 (P2001 - 364658) (P2001 - 364658) 中理士 小林 英一 (32) 優先日 平成13年11月29日 (2001. 11. 29) (33) 優先権主張国 日本 (JP)			
(22)出顧日 平成14年3月11日(2002.3.11) 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 (72)発明者 植田 正輝 (31)優先権主張番号 特顧2001-90884(P2001-90884) 千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎(32)優先日 平成13年3月27日(2001.3.27) (72)発明者 中村 尚道 (72)発明者 (72)発明者 中村 尚道 (72)発明者 (72)采用者	(21)出願番号	特願2002-65515(P2002-65515)	
(31) 優先権主張番号 特願2001-90884 (P2001-90884) (32) 優先日 平成13年 3 月27日 (2001. 3. 27) (33) 優先権主張国 日本 (JP) (31) 優先権主張番号 特願2001-172529 (P2001-172529) (32) 優先日 平成13年 6 月 7 日 (2001. 6. 7) (33) 優先権主張国 日本 (JP) (72) 発明者 中村 尚道 「業県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「不変に、「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「不変に、「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「不変に、「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「不変に、「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「不変に、「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「不変に、「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「不変に、「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「本場に、「大藤県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「本郷・「大藤県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「大葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「大藤県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「本郷・「大藤県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「大藤県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! 「大藤県千葉市中東区川崎町 1 番地 川崎! 「大藤県・「大藤県・「大藤県・「大藤県・「大藤県・「大藤県・「大藤県・「大藤県・	(22)出願日	平成14年3月11日(2002.3.11)	東京都千代田区内幸町二丁目2番3号
(33) 優先権主張国 日本 (JP) (72) 発明者 中村 尚道 「未業県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎! (32) 優先日 平成13年6月7日(2001.6.7) (33) 優先権主張国 日本 (JP) (74)代理人 100099531 (31) 優先権主張番号 特顧2001-364658 (P2001-364658) 中理士 小林 英一 (32) 優先日 平成13年11月29日(2001.11.29) 日本 (JP)			千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎豊
(32) 優先日 平成13年6月7日(2001.6.7)	(33)優先権主張国	日本 (JP)	(72)発明者 中村 尚道
(31)優先権主張番号 特顧2001-364658(P2001-364658)	(32)優先日	平成13年6月7日(2001.6.7)	鉄株式会社技術研究所内
(33)優先権主張国 日本(JP)			
最終頁に紛			
i e e e e e e e e e e e e e e e e e e e			最終頁に統

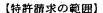
(54) 【発明の名称】 鉄基粉末およびこれを用いた圧粉磁心ならびに鉄基粉末の製造方法

(57)【要約】

【課題】 耐熱性絶縁被覆を有する鉄基粉末および圧粉 磁心を提案する。

【解決手段】 鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン樹脂および顔料を含有する塗料を添加し、攪拌、混合した後、乾燥処理を施し、鉄基粉末の表面にシリコーン樹脂および顔料を含有する被膜を形成する。該被膜中のシリコーン樹脂含有量と顔料含有量との比は、質量比で0.01以上4.0 未満であることが好ましい。顔料は、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物、鉱物、ガラスのうち1種または2種以上であることが好ましい。前記塗料は、流動状態の鉄基粉末に噴霧してもよい。前記被膜の下層として、Si化合物、Ti化合物、Zr化合物、P化合物、Cr化合物のうち1種または2種以上を含む被膜を形成してもよい。





【請求項1】 鉄を主成分とする粉末の表面が、シリゴーン樹脂および顔料を含有する被膜で被覆されてなる鉄基粉末。

【請求項2】 前記シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜の下層として、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を有することを特徴とする請求項1に記載の鉄基粉末。 【請求項3】 前記顔料が、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物、鉱物およびガラスのうちから選ばれた1種または2種以上であることを特徴とする請求項1または2に記載の鉄基粉末。

【請求項4】 請求項1ないし3のいずれかに記載の鉄基粉末を、所定の形状に成形してなる圧粉磁心。

【請求項5】 請求項1ないし3のいずれかに記載の鉄 基粉末を、所定の形状に成形した後、焼鈍してなる圧粉 磁心。

【請求項6】 前記圧粉磁心の密度が、真密度の95%以上であることを特徴とする請求項4または5に記載の圧 20 粉磁心。

【請求項7】 流動状態の鉄を主成分とする原料粉末 に、シリコーン樹脂および顔料を含有する塗料を噴霧し て、前記原料粉末の表面に絶縁被膜を形成することを特 徴とする鉄基粉末の製造方法。

【請求項8】 鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン樹脂および顔料を含有する塗料を添加し、攪拌、混合した後、乾燥処理を施し、前記原料粉末の表面に絶縁被膜を形成することを特徴とする鉄基粉末の製造方法。

【請求項9】 前記鉄を主成分とする原料粉末が、予め表面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を形成してなることを特徴とする請求項7または8に記載の鉄基粉末の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、鉄基粉末および該 鉄基粉末を用いた圧粉磁心に係り、特に電源回路等でチョークコイルやノイズフィルタとして用いられる、圧粉 磁心およびその原料となる鉄基粉末に関する。

[0002]

【従来の技術】近年の家電・電子機器においては、機器の小型化と電力変換効率の高効率化とが強く求められている。そのため電源回路には、スイッチング電源が広く採用されるようになり、その流れを受けて、スイッチング電源には、さらなる高効率化、小型化に加え、さらに大電力出力が可能であることが求められている。

【0003】ところで、スイッチング電源の高効率化、 小型化、大出力化を実現するためには、スイッチング周 波数の上昇と出力電流の増大、いわゆる大電流化が極めて有効であり、特に近年そのような傾向が顕著である。特に高周波化の進展は著しく、現在では10kHz~100kHzで動作するスイッチング電源が主流を占めるまでに至っている。

【0004】このように、スイッチング周波数の高周波化、大電流化が進むにしたがって、スイッチング電源で使用されるリアクトル、チョークコイル、ノイズフィルターなどの磁性材料を用いた部品にも、10kHz 以上の高周波域で、さらに大電流がかかるような条件でも性能を発揮することが求められるようになってきた。この際求められる性能としては、具体的には磁性材料による損失、すなわち鉄損が低いことと、大電流が流れても磁気飽和が起きないように高い飽和磁束密度を持つことが挙げられる。

【0005】従来、スイッチング電源のリアクトル、チョークコイルやノイズフィルタには、電磁鋼板鉄心、ソフトフェライトコア、圧粉磁心などが利用されている。電磁鋼板鉄心は、飽和磁束密度が高く、比較的安価であるという特徴を有するが、動作周波数が高くなるにしたがって鋼板内部での渦電流が急激に増大し、それに伴うて鉄心の発熱や、磁心損失いわゆる鉄損が、急激に増大するという問題があった。一方、ソフトフェライトコアは、鉄損は小さいが、飽和磁束密度が低いという問題があった。

【0006】一方、圧粉磁心は、金属粉末に適宜樹脂などのパインダーを添加した混合粉末を、加圧成形することにより製造される磁心である。加圧成形後、添加した樹脂の硬化などを目的に、加熱などによる硬化処理、いわゆるキュアが行われる場合がある。金属粉末としては、鉄粉や、Fe-Si粉、センダスト粉、パーマロイ粉末などの鉄基混合粉末、あるいは鉄系非晶質合金粉末などが用いられる。

【0007】圧粉磁心は、金属粉末を原料とし、さらにパインダーとして絶縁性に優れる樹脂を使うため、高周波域での鉄損は電磁鋼板を使った鉄心より小さくなるという特徴がある。また、原料が金属粉末なので、飽和磁束密度はソフトフェライトコアよりも高くなるという特徴がある。このため、近年、圧粉磁心が電磁鋼板やソフトフェライトに代わる鉄心材料として強い注目を集めている。しかし、たとえば、スイッチング周波数域である10kHz~100kHzの領域では、圧粉磁心の鉄損は依然として大きいという問題がある。したがって、圧粉磁心を電磁鋼板やソフトフェライトに代わる新たな鉄心材料とするためには、圧粉磁心の鉄損の低減が必須となる。

【0008】圧粉磁心の鉄損は、大きくヒステリシス損失と渦電流損失に分離される。従来、渦電流損失の低減を図るために種々の検討が行われてきた。例えば、特開昭58-147106号公報には、金属粉末の粒径を制御する方が、特開昭62-71202号公報、特開昭62-29108号公

30

40



- 報、特開平2-153003号公報等には、金属粉末と樹脂な どの絶縁性物質を混合する方法が開示されている。

【0009】一方、ヒステリシス損失の低減を図るため にも種々の検討が行われてきた。ヒステリシス損失の低 減には、圧粉成形体の歪取り焼鈍が有効であることが指 摘されており(堀江ら:日本応用磁気学会誌、vol 22, No. 2, 45-51 (1998) など)、特に650 ℃以上での焼鈍が 有効であることが知られている。しかし、ヒステリシス 損失の低減を図るために焼鈍を行うと、絶縁物質である 樹脂が分解して、絶縁性が著しく悪化してしまうという 問題があり、渦電流損失の低減とヒステリシス損失の低 減を両立させることは非常に困難であるといわれてき

【0010】このような渦電流損失の低減とヒステリシ ス損失の低減の両立を目的として、耐熱性に優れた絶縁 性物質と金属粉末を混合する方法がいくつか提案されて いる。例えば、特開平6-260319号公報には、軟磁性粉 末と、P、Mg、B、Feを必須元素とするガラス状絶縁剤 とを混合するとともに乾燥させて水分を除去し、ついで 固化成形し、焼鈍する高周波用圧粉磁心の製造方法が記 20 載されている。特開平6-260319号公報に記載された技 術で製造された圧粉磁心は、400 ~ 600℃までの温度で 焼鈍して歪みを解放するとされる。しかし、この技術に より作製された絶縁処理粉末は、588MPa(6000kgf/cm²) 以上の圧力で加圧成形すると絶縁被覆が破壊されてしま うため、成形圧力を高くして圧粉体密度を向上させ、飽 和磁束密度を上昇させることができないという問題があ った。

【0011】また、特開昭61-222207号公報には、シリ カゾルまたはアルミナゾルと金属磁性粉を接触させたの ち、乾燥して純金属磁性粉表面に電気絶縁性付着層を形 成し、圧縮成形して鉄心とする鉄心の製造方法が記載さ れている。特開昭61-222207号公報に記載された技術で は、必要に応じてシリカゾルまたはアルミナゾルに、酸 化マグネシウム、酸化クロム、酸化チタン、酸化アルミ ニウムのうちから選ばれる1種以上の粉末を添加したう えで、金属磁性粉と接触させてもよいとされる。また、 特開昭61-222207号公報に記載された技術では、これら 鉄心に 500℃以下の温度での焼鈍を施してもよいとされ る。

【0012】しかし、この方法で得られた成形体は強度 が著しく低く、成形体を焼鈍した圧粉磁心も強度が低 く、焼鈍体への巻き線ができないという問題もあった。 また、熱分解するとSiの酸化物であるシリカを生成する ポリシラザン化合物と鉄基粉末を混合して圧粉磁心を製 造する方法がいくつか提案されている。例えば、特開平 9- 78206号公報には、Feの微細粉末にシリコーンオイ ルを混合し、プレスした後、熱処理を行い、Siの酸化物 を成形体中に分散させて、その後焼結する磁性材料の製 報には、Fe、Si、AI系合金からなる金属粉末に、バイン ダーとしてベルヒドロポリシラザンを使用して、圧縮成 形した後熱処理する圧粉磁心の製造方法が記載されてい る。しかし、これらの技術でも、依然として焼鈍後の絶 縁性は著しく低いという問題があった。

【0013】また、特開平2-97603号公報には、扁平 状の鉄粉と、ケイ素を含有する粉末と、ケイ素に不活性 な無機化合物粉末とを混合し、ついで熱処理して鉄粉中 にケイ素を拡散させて製造されたケイ素鉄合金粉末に、 水ガラス等を被覆して絶縁層を形成したのち、圧粉し、 ついで熱処理する圧粉コアの製造方法が開示されてい る。しかし、特開平2-97603 号公報に記載された技術 で絶縁層の原料として使用する水ガラスは、アルカリ金 属元素であるNaのイオンを含むため、熱処理後Na⁺ イオ ンによる電気伝導が起きて、絶縁性が低下するという問 題があった。

[0014]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような 従来技術の問題に鑑みてなされたものであり、ヒステリ シス損失を下げるための焼鈍に際し絶縁が破壊されな い、耐熱性絶縁被覆を有する圧粉磁心用に適する鉄基粉 末および圧粉磁心ならびに該鉄基粉末の製造方法を提案 することを目的とする。

[0015]

30

40

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記した 課題を達成するため、ヒステリシス損失低減を目的とし た焼鈍を経ても絶縁が保持され、渦電流損失の増大が起 きないように、絶縁被膜の耐熱性向上について鋭意検討 した。その結果、鉄を主成分とする原料粉末にシリコー ン樹脂と顔料とを組み合わせて添加した場合に初めて、 粉末表面に優れた耐熱性絶縁被覆が形成されることを見 出した。さらに、顔料として金属酸化物、金属窒化物、 金属炭化物、鉱物、ガラスなどの材料を用いると、焼鈍 後も著しく絶縁性に優れ、しかも成形体強度、焼鈍体強 度にも優れる、耐熱性絶縁被覆を有する鉄基粉末が得ら れることを見出した。また、本発明者らは、鉄を主成分 とする原料粉末を、予め表面に、シリコン化合物、チタ ン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロ ム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質 を含む被膜を形成してなる粉末とし、該被膜上に上記し た耐熱性絶縁被覆を形成することにより、さらに焼鈍後 の絶縁性に優れた鉄基粉末が得られることを見いだし

【0016】本発明は、上記した知見に基づき、さらに 検討を加えて完成したものである。すなわち、本発明 は、鉄を主成分とする粉末の表面が、シリコーン樹脂お よび顔料を含有する被膜で被覆されてなる鉄基粉末であ り、また、本発明では、前記シリコーン樹脂および顔料 を含有する被膜の下層として、シリコン化合物、チタン 造方法が記載されている。また、特開平10-144512号公 50 化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム



化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を有することが好ましく、また、本発明では、前記シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜中のシリコーン樹脂含有量と顔料含有量との比が、質量比で、0.01以上、4.0未満であることが好ましく、また、本発明では、前記顔料が、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物、鉱物およびガラスのうちから選ばれた1種または2種以上であることが好ましく、また、本発明では、前記シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜中のシリコーン樹脂と顔料の付着量が合計で、鉄基粉末全量に対し、0.01~25質量%であることが好ましい。

【0017】また、本発明は、上記した鉄基粉末のいず れかを、所定の形状に成形し、あるいはさらに焼鈍して なる圧粉磁心である。この圧粉磁心の密度は、真密度の 95%以上であることが好ましく、さらに、真密度の98% 以上であることがより好ましい。また、本発明は、流動 状態の鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン樹脂お よび顔料を含む塗料を噴霧して、前記原料粉末の表面に 絶縁被膜を形成することを特徴とする鉄基粉末の製造方 法であり、また、本発明では、前記鉄を主成分とする原 料粉末が、予め表面に、シリコン化合物、チタン化合 物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合 物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む 被膜を形成してなることが好ましく、また、本発明で は、前記シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜中の シリコーン樹脂と顔料の付着量が合計で、鉄基粉末全量 に対し、0.01~25質量%であり、前記塗料のシリコーン 樹脂含有量と顔料の含有量の比が、質量比で、0.01以 上、4.0 未満であることが好ましい。

【0018】また、本発明は、鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン樹脂および顔料を含有する塗料を添加し、攪拌、混合した後、乾燥処理を施し、前記原料粉末の表面に絶縁被膜を形成することを特徴とする鉄基粉末の製造方法であり、また、本発明では、前記鉄を主成分とする原料粉末が、予め表面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を形成してなることが好ましく、また、本発明では、前記シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜中のシリコーン樹脂と顔料の付着量が合計で、鉄基粉末全量に対し、0.01~25質量%であり、前記塗料中のシリコーン樹脂含有量と顔料含有量の比が、質量比で、0.01以上、4.0未満であることが好ましい。

[0019]

【発明の実施の形態】本発明の鉄基粉末は、鉄を主成分とする粉末の表面が、シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜で被覆されてなる、耐熱性に優れた絶縁被膜を有する粉末である。まず、本発明の鉄基粉末の好ましい製造方法について、説明する。

【0020】鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン 50 変成有機樹脂としては、アルキッド変成型、エポキシ変

樹脂と顔料とを含有する塗料を添加し攪拌・混合するか、あるいは流動状態の鉄を主成分とする原料粉末に上記したシリコーン樹脂と顔料とを含有する塗料を噴霧したのち、溶剤を除去する乾燥処理を施すことが好ましい。これにより、鉄を主成分とする原料粉末表面にシリコーン樹脂と顔料を含有する被膜が形成される。

【0021】なお、鉄を主成分とする原料粉末にシリコーン樹脂と顔料とを含有する塗料を添加し攪拌混合する際には、両者を一度に混合しても、また鉄を主成分とする原料粉末と、塗料の一部を混合し、混合中に残りの塗料を添加してもよい。また、まず一部の塗料を混合した後、乾燥させて、さらにその後に同じ塗料あるいは組成を変化させた塗料を混合してもよい。また、複数回この作業を繰り返して目的の粉末を得ることもできる。

【0022】混合には、アトライタ、ヘンシェルミキサ 一、ボールミル、流動造粒機、転動流動造粒機などを利 用することができる。なかでも、流動造粒機や転動流動 造粒機は、流動槽による攪拌を行うため、粉体同士の凝 集が抑制され、均一な粒径の混合粉末とすることができ る。また、鉄を主成分とする原料粉末に、塗料を、スプ レーノズルにより噴霧することにより添加してもよい。 塗料を噴霧することにより、シリコーン樹脂と顔料が均 一に添加され、鉄を主成分とする原料粉末表面に形成さ れるシリコーン樹脂と顔料とを含有する被膜も均一にな る。なお、流動状態の鉄を主成分とする原料粉末に、塗 料をスプレーなどで噴霧すると、噴霧による効果と、流 動槽を利用した効果が相乗され、一層均一な被膜が鉄を 主成分とする原料粉末表面に形成される。塗料の噴霧に 際しては、溶媒の乾燥具合を適切にし、さらに粒子の凝 集を防ぐ観点から、噴霧量を調整することが好ましい。

【0023】なお、溶媒の乾燥促進や、シリコーン樹脂の硬化などを目的として、混合中あるいは混合後に加熱処理を行っても良い。本発明で使用する、鉄を主成分とする原料粉末に混合する塗料は、溶剤にシリコーン樹脂と顔料とを分散させた塗料である。なお、本発明でいうシリコーン樹脂は、分子内に1官能性(M単位)、2官能性(D単位)、3官能性(T単位)、あるいは4官能性(Q単位)のシロキサン単位を含有するポリオルガノシロキサンをさすものとする。

【0024】シリコーン樹脂は、シリコーンオイルやシリコーンゴムなどに比べ架橋密度が高く、硬化したものは硬いという特徴がある。シリコーン樹脂には、成分がシリコーンのみから構成されるストレートシリコーン樹脂と、シリコーン成分と有機樹脂の共重合体であるシリコーン変成有機樹脂に大別されるが、本発明において使用するシリコーン樹脂は、そのいずれでも問題はない。【0025】また、ストレートシリコーン樹脂は、MQレジンとDTレジンに大別されるが、本発明においては、そのいずれを用いても構わない。また、シリコーン変成有機樹脂としては、アルキッド変成利

成型、ポリエステル変成型、アクリル変成型、フェノー ル変成型などが挙げられるが、本発明においては、その いずれを用いても構わない。

【0026】また、シリコーン樹脂には、加熱して硬化 するタイプ(加熱硬化型)のものと、室温においても硬 化が進行するタイプ(室温硬化型)のものがあるが、本 発明においては、その何れを用いても構わない。加熱硬 化型シリコーン樹脂の硬化機構としては、大きく分け て、脱水縮合反応、付加反応、過酸化物反応等によるも のがあり、一方、室温硬化型シリコーン樹脂の硬化機構 としては、脱オキシム反応、脱アルコール反応によるも のがある。

【0027】本発明において好適に用いられているシリ コーン樹脂は、上記した何れかの硬化反応によって硬化 するものであれば、いずれの樹脂を使用しても問題な い。なお、本発明で好適に用いられるシリコーン樹脂と しては、例えば、東レダウコーニングシリコーン社製 O. SH 805, SH 806A, SH 840, SH 997, SR 620, SR 2306, SR 2309, SR 2310, SR 2316, DC12577, SR2400, SR2402, SR240 4, SR2405, SR2406, SR2410, SR2411, SR2416, SR2420, SR210 7, SR2115, SR2145, SH6018, DC-2230, DC3037, QP8-5314や、 信越化学工業(株)製の、KR251, KR255, KR114A, KR112, K R2610B, KR2621-1, KR230B, KR220, KR285, K295, KR2019, KR2 706, KR165, KR166, KR169, KR2038, KR221, KR155, KR240, KR1 01-10, KR120, KR105, KR271, KR282, KR311, KR211, KR212, KR 216, KR213, KR217, KR9218, SA-4, KR206, ES1001N, ES1002T, ES1004, KR9706, KR5203, KR5221 などの銘柄が例示でき る。もちろん、本発明では上記した以外の銘柄のシリコ ーン樹脂を使用してもなんら問題ない。

【0028】また、溶媒に分散してコロイド状となるよ うな微粒子状のシリコーン樹脂を用いても構わない。ま た、これらの物質、あるいはこれらの原料物質を変成し たシリコーン樹脂を使用しても構わない。さらに、種 類、分子量、官能基が異なる2種類以上のシリコーン樹 脂を、適当な割合で混合したシリコーン樹脂を使用して も構わない。

【0029】また、シリコーン樹脂とともに用いられる 顔料は、高い絶縁性と耐熱性を持つものであれば特に限 定されないが、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物、 鉱物およびガラスのうちから選ばれた1種または2種以 上であることが好ましい。好ましい金属酸化物として は、Li,Si,Al,Ti,Th,Zn,Zr,Be,Cu,Mg , K ,Ca,Sn,Sb,M n, Cr, Fe, Ni, Co などの酸化物の粉末が例示され、絶縁性 やコストを考慮して、これらの物質から選択して添加す ることができる。また、これらの中から選ばれた2種以 上の金属を合金化したものを酸化して得られる、酸化物 粉末を用いてもよい。また、コロイド状の酸化物を用い ても構わない。

【0030】また、好ましい金属炭化物としては、SiC

N, Sia Na, Tin, BN等が例示される。また、好ましい鉱物と しては、ムライト、フォルステライト、珪酸マグネシウ ム、ペントナイト、カオリナイト、スメクタイト、タル ク、天然雲母、人造雲母などが例示される。

【0031】また、好ましいガラスとしては、石英ガラ ス、リン酸系ガラス、アルミナーシリカガラス、ホウ酸 - リン酸を含むガラス、ホウロウ用ガラス等が挙げられ る。なお、選定にあたっては絶縁性を悪化させないもの を、選ぶことが好ましい。なお、上記した物質のうち、 10 顔料として用いてとくに好ましいものは、珪酸マグネシ ウム、ベントナイト、天然雲母、人造雲母、チタニア、 アルミナ、酸化銅、酸化鉄および酸化クロムであり、本 発明で用いる顔料は、これらの物質のうちから選ばれる 1種または2種以上を選択して含有することがより好ま

【0032】珪酸マグネシウムとしては、タルク、フォ ルステライトなどが挙げられる。また、ベントナイトと しては、Na-モンモリロナイト、Ca・Mg-モンモリロナ イト、またモンモリロナイトやヘクタライトに有機物を 複合化して得られる有機ペントナイトなどが挙げられ る。チタニアとしては、アナターゼ型チタニア、ルチル 型チタニアが挙げられる。アルミナとしては、コランダ ム型アルミナが挙げられる。

【0033】本発明で使用する顔料は、上記した物質を 原料とした粉末とすることが好ましい。粉末の顔料を得 る方法としては、粒径が大きい原料物質を粉砕する粉砕 法、化学反応などを利用して原料物質から直接粉末を生 成する方法であるゾルゲル法やアトマイズ法や気相反応 により粉末化する方法等が考えられるが、これらの何れ 30 の方法を用いても良い。また、これら以外の方法で得た 粉末を利用しても構わない。

【0034】本発明で用いて好適な粉末の顔料は、D50 として規定される平均粒径が40μm以下の粉末とするこ とが好ましい。粒径が、これ以上大きくなると、得られ る被膜表面の凸凹が大きくなり、十分な耐熱性が得られ なくなる。本発明では、上記したシリコーン樹脂と顔料 とを、溶剤に添加し混合して塗料とする。なお、塗料中 の、シリコーン樹脂と顔料との配合比は、鉄基粉末表面 に形成される被膜中のシリコーン樹脂含有量と顔料含有 量の比、R=(シリコーン樹脂含有量(質量%))/

(顔料含有量(質量%))が、質量比で、0.01以上 4.0 未満の範囲となるように、調整することが好ましい。

【0035】溶剤は、シリコーン樹脂が溶解あるいは分 散するものであればよく、特に限定されるものではない が、例えば、エタノールやメタノールに代表されるアル コール系溶剤、アセトンやメチルエチルケトンに代表さ れるケトン系溶剤、ベンゼン、トルエン、キシレン、フ エノール、安息香酸などに代表される芳香族系溶剤、リ グロイン、ケロシンなどの石油系溶剤とすることが好ま が例示される。また、好ましい金属窒化物としては、AI 50 しい。なかでも、シリコーン樹脂を溶解しやすい芳香族

系溶剤が、特に好ましい。また、シリコーン樹脂が可溶 あるいは分散可能なら、水を用いても構わない。なお、 本発明で用いる塗料の濃度は、施工のし易さや乾燥時間 などを勘案して決めれば良い。

【0036】なお、本発明で好適に用いられる塗料に は、塗料の粘度、チキソトロピー性、レベリング性、ま た、塗料中での顔料の分散性、塗装面を指で触っても塗 料が指に付かなくなるまでに要する時間(タックタイ ム)、塗膜の強度や色相などを制御するために、添加剤 を加えてもよい。塗料への添加剤は、シリコーン樹脂の 硬化を制御するステアリン酸金属塩などの金属石鹸、パ ーフルオロアルキルなどの界面活性剤などが好ましい。 【0037】上記したようにシリコーン樹脂と顔料を含 む塗料は、顔料が重力によって沈降して、容器等の底部 に沈澱することがある。顔料が沈澱すると、塗料中にお いて部分的に顔料とシリコーン樹脂の質量比が好ましい 範囲を逸脱してしまう。このため、塗料には顔料の沈降 を防止するために沈降防止剤を添加することが好まし

【0038】このような沈降防止剤としては、デンプン 20 やポリビニルアルコールなどの高分子、あるいはポリプ ロピレンなどの樹脂あるいはシリカ、アルミナなどの酸 化物から構成される微小な粉末、あるいはホウ化窒素、 黒鉛、二硫化モリブデン、マイカ、タルク、フェライト (酸化鉄)、パーミキュライト、カオリンなどに代表さ れる板状または層状の構造をもった微細な粒子などが挙 げられる。

【0039】この中でもシリカ、アルミナ、ホウ化窒 素、マイカ、タルク、フェライト、パーミキュライト、 カオリンなどのセラミックスや粘土鉱物は、沈降防止だ けでなく耐熱性および絶縁性にも優れるので、本発明で 用いる塗料の顔料としての役割も同時に担わせることが 可能であるので好ましい。その中でもマイカ、タルクは 板状の構造をもつために沈降防止効果が高いので好まし い。沈降防止効果を得るために必要な沈降防止剤の添加 量は物質によって種々であるが、例えばマイカ、タルク などの場合では顔料全体に占める割合を好ましくは質量 比で10質量%以上 100質量%以下、さらに好ましくは30 質量%以上100質量%以下とする。

【0040】なお、顔料の添加された塗料を使用する際 は、沈降を一層少なくするために、塗料をホモジナイザ ーなどで十分に攪拌してから、あるいは攪拌しながら使 用することが好ましい。本発明では、上記したシリコー ン樹脂と顔料を溶剤に混合した塗料を鉄を主成分とする 原料粉末に直接滴下あるいは、スプレー等を用いて噴霧 することで、鉄を主成分とする原料粉末と混合させ、つ いで乾燥処理を施し、鉄を主成分とする原料粉末表面に シリコーン樹脂と顔料とを含む被膜を形成させる。

【0041】鉄を主成分とする原料粉末に対する塗料の 混合量、あるいは塗料の噴霧量は、鉄を主成分とする原 50 被膜中のR=(シリコーン樹脂含有量(質量%))/

料粉末表面に付着、形成される被膜の付着量が、被膜を 含む鉄基粉末全量に対する質量%で、0.01~25%となる ように調整することが好ましい。被膜の付着量が0.01質 量%未満では、焼鈍後の絶縁性が不十分となる。一方、 25質量%を超えると、圧粉成形した場合に成形体中の鉄 基粉末の割合が著しく低下し、磁束密度や透磁率などの 磁気特性が低くなり易く、さらに成形体強度も著しく低 下し易い。

【0042】また、本発明における、乾燥処理は、室温 で8時間以上放置するか、50~ 300℃で0.1 ~24時間加 熱する処理とすることが好ましい。上記した条件を外れ ると、溶剤の乾燥が不十分となり粉末がベタつき、粉末 の取扱いが著しく困難になり、さらに被膜の強度が、被 膜中に残存する溶剤によって低下してしまい所望の耐熱 性が得られなくなる。

【0043】また、本発明においては、鉄を主成分とす る原料粉末の表面に形成される被膜は、被膜中のシリコ ーン樹脂含有量と顔料含有量の比R

R=(シリコーン樹脂含有量(質量%))/(顔料含有 量(質量%))

が、質量比で、0.01以上 4.0未満の範囲となるように、 シリコーン樹脂と顔料を含有することが好ましい。とく に、0.01以上 2.0未満とすることが好ましく、さらには 0.01以上1.5 未満とすることが好ましい。下限値は 0.2 以上が好ましく、0.25超えが最も好ましい。

【0044】シリコーン樹脂が少なすぎる、すなわち、 R値が0.01未満となると、顔料を鉄粉に被着させるバイ ンダの性能が低下するため被膜がはがれやすくなり、鉄 基粉末ハンドリング時の被膜剥離や、加圧成形時の圧力 による被膜剥離が生じやすくなる。その結果、この鉄基 粉末から得られる圧粉体は低い絶縁性を示すので、好ま しくない。

【0045】一方、シリコーン樹脂の含有量が高すぎ る、すなわちR値が 4.0以上では、被膜は顔料に比べる と脆いシリコーン樹脂が大きな体積分率を占めるため、 加圧成形する際に加えられる力によって被膜が容易に破 壊されるようになる。その結果、鉄を主成分とする原料 粉末同士が直接接触することになり絶縁性の低下を招 く。また、シリコーン樹脂を焼鈍温度まで加熱すると、

分解してシリカに変化することになるが、この際大きな 体積減少が起きる。 R 値が 4.0以上となりシリコーン樹 脂の体積分率が大きくなった被膜は、焼鈍時の体積減少 が著しく大きくなるため被膜の破壊や欠落が起きやすく なる。この結果、R値が 4.0以上になると、焼鈍前だけ でなく、焼鈍後の絶縁性も著しく低下させてしまうので 好ましくない。

【0046】したがって本発明ではRが 4.0未満である ことが好ましく、とくに 2.0未満、さらには1.5 未満で あることがより一層好ましい。

30

30

(顔料含有量 (質量%)

)を0.01以上 4.0未満の範囲に調整するには、鉄を主成 分とする原料粉末に混合または噴霧する塗料中の、シリ コーン樹脂と顔料との配合比を調整することにより行な うのが好ましい。

【0047】鉄を主成分とする原料粉末に、シリコーン 樹脂と顔料を含有する塗料を混合し、あるいは噴霧した 後、乾燥して、溶媒を除去することにより、表面にシリ コーン樹脂と顔料とからなる被膜を形成した鉄基粉末を 得ることができる。なお、このようにして得た鉄基粉末 に、異なるR値あるいは顔料組成、またはそのいずれも が異なる塗料の被膜を、重ねて形成して鉄基粉末として も良い。さらに複数回重ねたものを鉄基粉末としてもよ

【0048】また、本発明では、鉄を主成分とする原料 粉末として、予め表面に、シリコン化合物、チタン化合 物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合 物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む 被膜を形成した粉末を使用することが好ましい。予め表 面に、シリコン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化 合物、リン化合物およびクロム化合物のうちから選ばれ た1種または2種以上の物質を含む被膜を形成された原 料粉末に、上記したシリコーン樹脂と顔料を含有する塗 料を混合し、あるいは噴霧した後、乾燥して、溶媒を除 去する方法により、シリコン化合物、チタン化合物、ジ ルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合物のう ちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む被膜を 下層とし、シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜を 上層とする複層被膜を被成された鉄基粉末とすることが

【0049】下層被膜として、シリコン化合物、チタン 化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム 化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を 含む被膜を有することにより、鉄基粉末の焼鈍後の絶縁 性が、シリコーン樹脂および顔料を含有する被膜のみの 場合よりもさらに向上する。つぎに、鉄を主成分とする 原料粉末(以下、原料粉末ともいう)の表面に、シリコ ン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物、リン化 合物およびクロム化合物のうちから選ばれた1種または 2種以上の物質を含む被膜を形成する方法について説明 する。

【0050】原料粉末の表面に、シリコン化合物、チタ ン化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロ ム化合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質 を含む被膜を形成する方法としては、上記した物質を含 む材料を原料粉末に添加・混合する方法、原料粉末を流 動化させ、流動状態にある原料粉末に、上記した物質を 含む材料あるいは上記した物質を含む材料を溶媒を用い て希釈した溶液を噴霧したのち乾燥処理を施す方法、上 中に原料粉末を所定時間浸漬したのち、乾燥処理する方で 法などが好適であるが、本発明ではこれらの方法に限定 されるものではない。

【0051】また、原料粉末の表面に、2種以上の化合 物を含む被膜を形成する方法としては、予め2種以上の 化合物を含む材料を混合したものを用いて添加し処理す... る方法、あるいは2種以上の化合物を別々に用意しそれ らを同時に添加し処理する方法、あるいは化合物を含む 材料を順番に添加し処理する方法などが考えられるが、 本発明ではこれらの方法に限定されるものではない。な お、化合物を含む材料を順番に処理する方法では、材料 ごとに異なる方法で処理してもよい。

【0052】また、これらのシリコン化合物、チタン化 合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化 合物のうちから選ばれた1種または2種以上の下層被膜 を形成するための化合物は、シリコーン樹脂及び顔料を 含有する塗料中に添加する、いわゆるインテグラルブレ ンドにより、原料粉末に添加しても良い。まず、下層被 膜を形成するための処理を行い、その次に上層被膜を形 成するための処理を行うと、より完全な下層被膜が得ら れ焼鈍後の絶縁性が高くなるので好ましい。

【0053】なお、これらの処理において、上記した物 質(化合物)を含む材料の添加量、溶液の濃度、添加方 法、混合方法等は、使用する材料や処理方法に応じ、適 宜決定することができる。なお、好ましくは、被膜中に 含まれるシリコン化合物量は、被膜を含む鉄基粉末全量 に対し、 0.01 ~4質量%とすることが好ましい。ま た、被膜中に含まれるチタン化合物量は、被膜を含む鉄 基粉末全量に対し、 0.01 ~4質量%とすることが好ま しい。また、被膜中に含まれるジルコニウム化合物量 は、被膜を含む鉄基粉末全量に対し、 0.01 ~4質量% とすることが好ましい。また、被膜中に含まれるリン化 合物量は、被膜を含む鉄基粉末全量に対し、0.01 ~4 質量%とすることが好ましい。被膜中に含まれるクロム 化合物は、被膜を含む鉄基粉末全量に対し、 0.01 ~ 4 質量%とすることが好ましい。

【0054】なお、原料粉末の表面にシリコン化合物を 含む被膜を形成するには、シリコン化合物を含む物質と して、アルコキシシラン、アシロキシシランなどのシラ ン化合物、オルガノハロシランおよびその誘導体などの シリル化剤、ケイ素過酸化物、シリケート化合物を用い ることが好ましい。なお、本発明では、シラン化合物、 シリル化剤、ケイ素過酸化物、シリケート化合物に限定 されるものではない。

【0055】シラン化合物としては、例えば、メチルト リクロロシラン、メチルジクロロシラン、ジメチルジク ロロシラン、トリメチルクロロシラン、フェニルトリク ロロシラン、ジフェニルジクロロシラン、トリフロロプ ロピルトリクロロシラン、ヘプタデカフロロデシルトリ 記した物質を含む材料を溶媒を用いて溶液とし、該溶液 50 クロロシランなどのクロロシラン化合物、あるいはテト

ラメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、ジメチ ルジメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジ フェニルジメトキシシラン、テトラエトキシシラン、メ チルトリエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、 フェニルトリエトキシシラン、ジフェニルジエトキシシ ラン、ヘキシルトリメトキシシラン、ヘキシルトリエト キシシラン、デシルトリメトキシシラン、デシルトリエ トキシシラン、トリフルオロプロピルトリメトキシシラ ン、ヘプタデカトリフルオロデシルトリメトキシシラン などのアルコキシシラン化合物、あるいはピニルトリエ 10 トキシシラン、ピニルトリス(-メトキシエトキシシラ ン)、ピニルトリアセトキシシラン、アーメタクリルオ キシプロピルトリメトキシシラン、ァーアミノプロピル トリエトキシシラン、ァー(アミノエチル)アミノプロ ピルトリエトキシシラン、ァーグリシドキシプロピルト リメトキシシラン、ァーメルカプトプロピルトリメトキ シシラン、β-(3,4-エポキシシクロヘキシル) エチル トリメトキシシラン、アークロロプロピルトリメトキシ シランなどのシランカップリング剤、あるいはヘキサメ チルジシラザンなどのシラザンが挙げられる。

【0056】本発明では、上記したいずれの物質を用い てもなんら問題はない。また、上記した2種以上を混合 して用いても構わない。また、上記以外のシラン化合物 を用いてもよい。また、シラン化合物は、そのまま利用 してもよく、また、溶剤で希釈して用いてもよい。ケイ 素過酸化物としては、例えば、R4-n Si(00R')。 なる分 子式で代表される物質、例えばピニルトリス(tープチ ルパーオキシ)シランが挙げられるが、これに限定され るものではない。なお、Rは有機基、nは1~4の整数 である。

【0057】シリケート化合物としては、エチルシリケ ート、メチルシリケート、N-プロピルシリケート、N - ブチルシリケートなどのアルキルシリケートが挙げら れる。これらを加水分解するように調整したものを用い てもよい。また、被膜の物性を制御することを目的に、 アルキルシリケートを2~10程度重合させたアルキルシ リケートを用いてもかまわない。また、上記以外のシリ ケート化合物を用いてもよい。また、シリケート化合物 は、そのまま利用してもよく、また溶剤で希釈して用い

【0058】原料粉末の表面にチタン化合物を含む被膜 を形成するには、チタン化合物を含む物質として、チタ ンカップリング剤を用いることが好ましい。なお、本発 明では、チタンカップリング剤に限定されるものではな い。チタンカップリング剤としては、例えば、テトライ ソプロピルチタネート、テトライソプロピルチタネート ポリマー、テトラブチルチタネート、テトラブチルチタ ネートポリマー、テトラステアクリルチタネート、2-エチルヘキシルチタネートなどのチタンエステルや、イ ソプロポキシチタニウムステアレートなどのチタンアシ 50

レート、チタニウムアセチルアセトネートやチタニウム ラクテートなどのチタンキレートなどが挙げられる。本 発明では、上記したいずれの物質を用いてもなんら問題 はない。また、上記した物質の2種以上を混合して用い てもかまわない。また、上記したチタンカップリング剤 以外のカップリング剤を用いてもよい。なお、チタンカ ップリング剤をそのまま使用してもよく、また、溶剤で 希釈して使用してもよい。

【0059】また、原料粉末の表面にジルコニウム化合

物を含む被膜を形成するには、ジルコニウム化合物を含

む物質として、ジルコニウムカップリング剤を用いるこ とが好ましい。ジルコニウムカップリング剤としては、 ジルコニウムアルコキシド等が挙げられるが、これに限 定されるものではない。また、原料粉末の表面にクロム 化合物を含む被膜を形成するには、クロム化合物を含む 物質として、有機アニオンを結合したクロム錯塩を用い ることが好ましいが、これに限定されるものではない。 【0060】また、原料粉末の表面にリン化合物を含む 被膜を形成するには、リン化合物を含む物質として、リ ン酸を水、有機溶媒などの溶剤で希釈した溶液、あるい はリン酸塩を水、有機溶媒あるいはそれらを混合じた溶 媒に溶かした溶液、あるいはリン酸エステルおよびリン

酸エステルの溶液等を用いることが好ましいが、これに

限定されるものではない。なお、溶媒を用いて希釈した

リン酸を用いれば、反応度合を制御しやすくなり、リン

酸の添加量が少なくなり、リン酸化合物の過剰な生成を

抑えることができる。

【0061】また、2種以上の化合物を組み合わせた絶 縁物で被膜を形成しても良い。このような被膜に用いら 30 れる材質としては、たとえばリン酸塩やクロム酸塩、さ らに必要に応じてオキシエチレンオキシプロピレンブロ ックポリマーなどの界面活性剤や硼酸などを添加した水 溶液を塗布し、乾燥することによって得られるリン酸塩 絶縁化合物が挙げられる。なお、好ましくは、被膜中に 含まれる総化合物量が0.01~4質量%とすることが好ま しい。なお、本発明では、リン酸塩化合物に限定される ものではない。

【0062】また、本発明に用いる鉄を主成分とする原 料粉末は、強磁性を示しかつ高い飽和磁束密度を示す鉄 を主成分とする粉末であればよく、特にその種類は限定 する必要はないが、なかでも、鉄粉、Fe-3%Si合金粉 に代表されるFe-Si合金粉、Fe-AI合金粉、Fe-Ni合金 粉、センダスト粉、鉄基非晶質合金などを用いることが 好ましい。本発明では、これら鉄を主成分とする粉末か ら選ばれた1種または2種以上の粉末を原料粉末として 使用することが好ましい。また、これらの鉄を主成分と する原料粉末として、製造方法あるいは何らかの機械加 工によって、扁平加工した扁平状鉄基粉末を用いても良

【0063】また、鉄を主成分とする粉末の中でも、ア

トマイズ鉄粉、電解鉄粉などに代表される純鉄粉は、飽 和磁束密度や透磁率の磁気特性だけでなく、圧縮性も優 れ、その上安価である。そのため、本発明における鉄を 主成分とする原料粉末として好適である。純鉄粉として はたとえば、川崎製鉄(株)のKIP-MG270H, KIP-304A, KI P-304ASなどがあげられる。

【0064】また、本発明で使用する鉄を主成分とする 原料粉末の粒径は、特に限定されるものではないが、圧 粉磁心の用途や要求特性によって、適宜決めることが望 ましい。たとえば、分級により粒径の大きな粒子を取り 出して使用した場合、圧縮性が改善され、さらに粒子間 で発生する磁気的ギャップも大幅に低減される。その結 果、高透磁率かつ高磁束密度で、かつ磁気的ギャップの 低減によるヒステリシス損失が著しく低減した圧粉磁心 を得ることができる。このような圧粉磁心とは、たとえ ば使用周波数が1kHz 以下程度で、かつ高い磁束密度が 要求されるような用途に好適である。なお、この場合、 好ましい粒径は75μm以上、さらに好ましい粒径は 100 μm以上である。

【0065】また、鉄基粉末の粒径を小さくすると粒子 内を流れる渦電流が少なくなるため、渦電流損失が小さ くなることがよく知られている。これより、原料とする 鉄を主成分とする原料粉末を分級によってあらかじめ粒 径の小さい粒子だけを取り出した上で使用すると、渦電 流損失による鉄損低減を実現することができる。これ は、全鉄損の中で渦電流損失の占める割合が低周波域 (たとえば1kHz 以下)と比較すると高い高周波域での 鉄損低減には非常に有効である。このような鉄基粉末を 用いて作製された圧粉磁心は、たとえば使用周波数が10 kHz ~500kHz程度で低損失であることが要求される用途 に好適である。この場合、好ましい粒径は75μm以下で ある。粒径の小さい粉末は大きい粉末と比べると同一の 条件で加圧成形した場合、圧粉密度がやや小さくなって 磁束密度もやや低下することが知られている。しかし、 たとえば成形圧力を上昇させることによって、圧粉密度 を向上させることが可能である。このことを利用する と、粒径の細かい粉末を用いても高磁束密度でありなが ら同時に低鉄損である圧粉磁心を得ることも可能であ る。

【0066】また、鉄を主成分とする原料粉末には、圧 40 縮性や圧粉磁心の磁気特性などに悪影響を及ぼさない範 囲で、含有元素の調整を行ったものを用いても良い。上 記した方法によって製造された鉄基粉末は、必要に応じ て潤滑剤などが添加された後、金型などを用いて加圧成 形され、圧粉体(圧粉磁心)とすることができる。この 加圧成形の際、たとえば成形圧力を980MPa以上の高圧と したり、いったん粉末を加圧成形あるいはそれ以外の方 法により予備成形体とした上で、その予備成形体を冷間 で鍛造するいわゆる粉末鍛造法、粉末および必要に応じ

間成形法、潤滑剤を粉末ではなく金型表面に塗布するこ とで潤滑剤を添加していない粉でも金型のかじりなどを 起こさずに成形できる方法である金型潤滑法、さらに金 型潤滑法と温間成形法を組み合わせた温間金型潤滑成形 法などを適用することにより、圧粉磁心の密度が真密度 (原料粉末を構成する強磁性金属の理論密度) の95%以 上となる、高密度(純鉄粉を用いた場合は圧粉磁心の密 度が7.47Mg/m³以上)の圧粉磁心を製造することができ

【0067】ところで、一般に圧粉体内部には空孔、い わゆるポアが存在する。ポアは、圧粉体の強度を低下さ せる原因となることが知られているが、圧粉磁心では磁 束密度を低下させるなど磁気特性を悪化させる原因とも なる。これは、ポアが存在すると圧粉磁心内で磁束密度 を低下させる反磁界が発生してしまうためである。反磁 界の発生を抑えて、磁束密度の向上等の磁気特性改善を 図るためには、ポアを小さくすることがきわめて有効で ある。

【0068】圧粉磁心内においてポアは粒子間に存在す 20 るが、圧粉磁心の密度が真密度に対して95%未満の場合 は隣接粒子間の複数のポアは連続してつながった状態、 いわゆる開空孔となる。ところが、圧粉磁心の密度が真 密度に対して95%以上となると粒子間に存在するポアは 孤立した状態、いわゆる閉空孔となる。閉空孔になると ポアの大きさは著しく小さくなるので、反磁界の発生も 抑えられ、磁束密度の著しい向上等、磁気特性改善が実 現できる。よって、圧粉磁心の密度は真密度に対して95 %以上とすることが好ましい。なお、さらに好ましくは 98%以上である。

30 【0069】潤滑剤としては、ステアリン酸リチウム、 ステリアン酸亜鉛、ステリアン酸カルシウムなどの金属 石鹸、あるいは脂肪酸アミドなどのワックスがあげられ る。なお、温間成形や温間金型潤滑を行う場合は、潤滑 剤の融点が成形温度よりも低いと潤滑剤が溶融してしま い粉末部分と分離する、いわゆる潤滑剤の流出が起きて しまい、潤滑剤による効果が低下してしまう場合がある ので、成形温度より融点が高い潤滑剤を1種以上用いる ことが好ましい。なお、本発明においては複数の潤滑剤 を事前に混合しておいたものを、潤滑剤として利用して もかまわない。

【0070】成形後の熱処理の時間及び温度、さらにそ の雰囲気などは、用途に応じて適宜決定すればよい。な お、圧粉磁心の用途によっては行わなくても構わない。 成形後、加圧時に鉄基粉末の加えられた歪を解放してヒ ステリシス損失を低減させるために、成形体を歪取りの ための熱処理(焼鈍)を施すことが特に好ましい。ま た、焼鈍雰囲気は、ArやNtガスなどの不活性ガス雰囲 気、水素ガスなどの還元性ガス雰囲気、あるいは真空中 のいずれでも構わない。雰囲気ガスの露点は、用途等に て金型を加熱して所定の温度で加圧成形するいわゆる温 50 応じて適宜決定すれば良い。焼鈍時の昇温速度、降温速 度は、作業環境、用途に応じて適宜決めれば良い。ま た、昇温時あるいは降温時に、一定の温度で保持する段 階を設けてもよい。

【0071】上記した、表面にシリコーン樹脂と顔料を 含有する被膜を形成した鉄基粉末を用いて圧粉成形して 製造された圧粉磁心は、通常、有機物が分解してしまう 高温で焼鈍してもなお高い絶縁性を示す。その正確な機 構については現在のところ不明であるが、本発明者らは 次のように推察している。まず、鉄を主成分とする原料 粉末にシリコーン樹脂と顔料を含む塗料を添加し混合す る際に、塗料中のシリコーン樹脂と顔料は一体となって 鉄を主成分とする原料粉末を被覆し、さらに乾燥後シリ コーン樹脂が硬化することによってシリコーン樹脂は顔 料を強化フィラーとして含む強固な被膜を形成する。鉄 基粉末表面がシリコーン樹脂と顔料から構成される絶縁 性の高い被膜で被覆されるため、圧粉磁心の絶縁性は飛 躍的に向上する。

【0072】次に、このような絶縁性の高い被膜を有す る鉄基粉末を用いて製造された圧粉磁心を焼鈍すると、 鉄基粉末表面のシリコーン樹脂は熱分解してシリカに変 わると同時に、顔料や鉄基粉末と焼結し、絶縁性が高く 強度が高いセラミック状あるいはガラス状の物質を形成 し、焼鈍後においても高い絶縁性と実用的な強度を実現 できたものと考えられる。

【0073】したがって、本発明で用いる顔料として は、上記の焼結組織の強度や絶縁性を向上させるもので あることが好ましいと推定される。具体的には、例えば アルミナーケイ酸ガラスあるいはムライトの微細結晶に 類似した被膜を構成させるために、アルミナとシリカな どの組合せ、あるいはマイカやタルクなどのように板状 30 の構造を持ちかつ絶縁性が高いため焼結組織内部にてフ ィラーの役割を担う材料を組み合わせる方法などが有効 であると考えられる。

【0074】また、表面に、シリコン化合物、チタン化 合物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化 合物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含 む被膜を形成した粉末を原料粉末として使用すると、焼 鈍後の絶縁性がさらに高くなる。この機構の詳細につい ては、現在のところ不明であるが本発明者らは次のよう に考えている。

【0075】原料粉末にシリコン化合物、チタン化合 物、ジルコニウム化合物、リン化合物およびクロム化合 物のうちから選ばれた1種または2種以上の物質を含む 被膜を形成する表面処理を施すと、原料粉末表面に反応 物質が緻密に生成し原料粉末間の絶縁性が著しく向上す る。また、表面に形成される反応物質(被膜)により、 原料粉末とシリコン樹脂および顔料から構成される被膜 とのぬれ性や密着性が著しく向上する。ぬれ性の向上に よりシリコーン樹脂および顔料から構成される被覆はよ り均一となる。また、この被膜の密着性、絶縁性の向上 50 させた。なお、被膜の付着量は、塗料の噴霧量を変化さ

は、焼鈍後も維持される。これにより、原料粉末に予め 表面処理を施し、下層被膜を形成することにより、焼鈍 後の一層高い絶縁性が得られるものと推察される。

[0076]

【実施例】(実施例1)鉄を主成分とする原料粉末に、 シリコーン樹脂と顔料を表2に示す含有量となるように 溶剤に添加した塗料を、添加し、攪拌混合した。得られ た粉末に、ついで乾燥処理を施した。

【0077】鉄を主成分とする原料粉末は、表1に示す 10 粒度分布を有する、(a)川崎製鉄(株)製の鉄粉 "KI P-MG270H"、(b)川崎製鉄(株)製の鉄粉 "KIP-304 A"、(c)(a)川崎製鉄(株)製の鉄粉"KIP-MG270 H"を扁平加工した粉末、および(d)センダスト粉末 を用いた。また(e)および(f)として(b)の鉄粉 "KIP-304A"を粒度調整した粉末を用いた。

【0078】シリコーン樹脂は、東レダウコーニング社 製のSR2410、SR2400、SH805 、SH2115、R925を用いた。 顔料は、シリカ、アルミナ、ジルコニア、チタニア、ム ライト、フォルステライト、窒化珪素、窒化アルミニウ ム、炭化珪素、タルク、有機ベントナイト、酸化鉄、酸 化クロム、酸化銅、ほうろう用フリットガラス(日本ラ エロー(株)01-4102P)、マイカのそれぞれ粉末または コロイド溶液を用い、1種または2種以上を選択して用 いた。なお、実施例1-54においてはシリカとしてメチル エチルケトン分散型コロイダルシリカ (シリカ濃度20質 量%)、実施例1-55においてはシリカとして水分散型コ ロイダルシリカ(シリカ濃度20質量%)、実施例1-56に おいてはシリカとしてアルミナゾル・シリカゾルを1:9 の割合で混合した水分散型のアルミナ・コロイダルシリ カ(コロイド濃度20質量%)を用いた。なお、実施例1-56のアルミナ・コロイダルシリカにはコロイド溶媒に対 して3質量%の酢酸を安定化剤として添加した。

【0079】溶媒には、実施例1-1~1-53においてはキ シレンを、実施例1-54においてはキシレンとメチルエチ ルケトンを質量比で1:1 の割合で混合した溶媒を、実施 例1-55,56 においては水を用いた。なお、塗料は、塗料 中の顔料とシリコーン樹脂の合計濃度が20質量%となる ように調整した。顔料と鉄を主成分とする原料粉末と塗 料との攪拌、混合は、ヘンシェルミキサー又は転動流動 造粒機を利用した。

【0080】ヘンシェルミキサーを利用した場合は、鉄 を主成分とする原料粉末に塗料全量を添加し、次に攪拌 混合した。混合時間は、 400秒とした。なお、被膜の付 着量は、塗料の添加量を変化させて表3に示す値にそれ ぞれ調整した。転動流動造粒機を利用した場合には、ま ず鉄を主成分とする原料粉末を流動槽内で流動化させ、 次にスプレーノズルを通して塗料を鉄を主成分とする原 料粉末に添加した。塗料は、毎分20gの割合で添加し た。塗料の添加が終了した後、乾燥のため、1200秒流動

せて表3に示す値にそれぞれ調整した。

【0081】乾燥処理は、攪拌、混合後、室温にて10時間放置し、さらに 250℃で 120分加熱乾燥した。上記のようにして得られた表面に被膜を有する鉄基粉末に、ついで潤滑剤を添加、混合した。潤滑剤は、ステアリン酸亜鉛を用いた。潤滑剤の添加量は、鉄基粉末 100重量部に対して0.25重量部とした。

【0082】潤滑剤の添加、混合は次の手順で行った。 の I まず、鉄基粉末を袋に入れ、つぎに所定量の潤滑剤を、 ンタ その袋中に添加した。その後、その袋の口を厳重に閉じ 10 た。た上で、袋全体を振動させて潤滑剤を鉄基粉末全体に均一になるように混合した。得られた混合粉末を、表3に示した成形圧にて室温(25℃)条件で加圧成形して磁気 たっした成形圧にて室温(25℃)条件で加圧成形して磁気 たっした成形圧にて室温(25℃)条件で加圧成形して磁気 たっした成形圧にて室温(25℃)条件で加圧成形して磁気 たっした成形圧にて室温(25℃)条件で加圧成形して磁気 たっした成形圧にて室温(25℃)条件で加圧成形して磁気 たっした成形圧にで変温(25℃)条件で加圧成形して磁気 たっした成形圧にで変温(25℃)条件で加圧成形して磁気 たっした成形圧にで変温(25℃)条件で加圧成形して磁気 たっした成形圧にで変温(25℃)条件で加圧成形して磁気 たっした成形圧にで変温(25℃)条件で加圧成形して磁気 たっした成形圧的である。 に対しては、 1000 に対している。 に対しているでは、 1000 に対しているのでは、 1000 に対したのでは、 1000 に対しているのでは、 1000 に対しでは、 1000 に対しでは、 1000 に対しでは、 1000 に対しでは、 1000 に対しでは、 1000 に対しでは、 1000 に対しでは、

【0083】得られた圧粉成形体に 800℃、窒素雰囲気中で1時間焼鈍を施した。なお、実施例1-19は焼鈍を実施しなかった。これらの焼鈍済み圧粉成形体(圧粉磁

心)について、圧粉磁心の密度、比抵抗、10kHz でのイ * 20 【表 ! 】

*ンダクタンス、および10kHz 、0.1Tでの鉄損を測定した。また、手折れ試験を実施した。

【0084】圧粉磁心の密度は、試料の質量と体積を測定し、それらの値から算出した。比抵抗は、直方体試料を用い、四端子法にて測定した。インダクタンス測定は、リング試料に0.6mm φのホルマル被覆導線を11巻きして作成したコイルを用い、アジレントテクノロジー社のLCRメーター(HP4284A)にて行った。得られたインダクタンス値から、交流比初透磁率μιΑς を算出した。

【0085】鉄損は、リング試料に、0.6mm ののホルマル被覆導線を、1次側、2次側ともに40巻きして作成したコイルを用い、アジレントテクノロジー社製のB-H アナライザー(E5060A)にて測定した。手折試験は、比抵抗測定用試料を手で折る試験であり、手で折れたものは圧粉磁心用途には不適と判定した。

【0086】得られた結果を表3に示す。

[0087]

【表1】

鉄	を主成分とする 粉末		·-	粒度分	斤(質量%)		
No	種類	< 45 μ m	45-63 μm	63-75 μm	75-106 µ m	160-150 µ m	150-180 µ m
a	KIP-MG270H	15	10	5	20	42	8
b	KIP-304A	25	20	10	30	12	3
С	aの扁平加工粉	8	12	5	20	25	30
đ	センダスト	40	25	10	15	9	1
е	KIP-304A+#100	0	0	0	0	84	16
f	KIP-304A-#200	45	35	20	0	0	0

[0088]

【表2】

2 0 0 3 - 3 0 3 7 1 1 .

₩	英遊	7											1							
		A 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11	* 5145			震		荽								đπ	含有量		ſ	
	**	を発	4	2612	713	1947	第代	`⊢	-	7834 748X	-	1000	110	19:7 B	35		يد	41. 44		₩ ₩
	*			_			, 1 1	世 林 田	珪素	ţţ	1311		1	-	**	70	選	+	+	6
财括② 1 - 1	m	SR2410	20	22						-	\dashv	+	+	+	+	\dagger	†	-	\dagger	3 5
班極必 1 – 2	в	,,	S		S							-	1	+	1	+	\dagger	+	\dagger	3 8
11	re		9	9	2	2			\vdash		-	\dashv	1	1	\dagger	+	+	+		3 3
1		*	8		8	8		-					-		-	1	+	+	\dagger	3
H	ء اد	"	64				9	2	2	-		H				+	+	+	\dagger	a
11	-		9	000	4			∞	\vdash	40		_	\dashv	7	1	+	+	+	+	2 5
l i			8	œ	4			8		40	Н			1	1	1	+	+	+	3 8
世紀至1-8	, .	,	9	80	4			8	-	40			-		1	1	+	\dagger	+	2 8
1	, ,	ľ	9	~	2			∞			40	7					1	+	+	3
大幅7110	3 6	*	8					1	T	88	-	2	8	8	2	7	2	1	1	8
大郎 11	3 «	,	9		~			80		98	-		9			1	2	+	+	8 s
安特堡1 -19	, ,	*	9	95	~					_	2			_	9		1	\dashv	+	3
安括例 1-13	3 ~	*	9				2	80	1	88	-		80			9	1	+	+	s
(1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1)	, "		40	2			38		80		-				2	2	2	+	1	3
71 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	, ,	*	Ş			T			T	36	\vdash	2	∞	8	2	2	62	1	1	8
大郎711-13	ء د	. "	Ş	6	6		38	1	·	+		T		∞	2	2			1	8
米個的1 - 10	- -		2 5	,	1		:	\dagger	T	95	T	~	-	∞	2	2	2			8
米名之 1-15	۰ ا		3 5						+	18	T	~	80	8	2	2	2			8
米格利 1 - 18	rđ.	: ;	3					1	T	38	T	~	∞	80	2	2	2			8
水路型1-19		CHOOLS	40		œ			T		8	T		8	2	2					8
1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1		Street	Ş		α			1	1	8	T		8	2	2					8
来档例 1 - 21	e2 .	3477103	9		٥				1	+	t		80	2	2			40		8
- I -	rs 4	SEC110	ş		•			1	1	98		2	80	®	2	2	2			8
٦I،	٥	345410						T	T	1	1		T							0
ı	89	*	300						T	٤	T			T				-		100
ı	а		0					1		3 8	T	٠	ď	~	~	2	2	-		8
比較例 1-3	а	144767月	2						1	3	†	•	1							0
比較例 1-4	8	1111/14	100								+	1	10	•	۴	,	100			8
比較例1-5	ш	シリカゲル	40							98	7	7	-	•	3 (1	1	T		8
比較例 1 - 6	æ	71/-/樹根	40		_					36	٦	~	æ 	~	7	7	4	1	1	3

[0089]

40 【表 3】

表2-2]								1		1	-								_	1
	1							왱		2							今在春			*
₩	女	7-11-7	華福 *			題		文				- 1		ļ			•		4/4	#4
	李 *	種類	色色	78.72	111	4744	が	鐘化	坂化	711:4	7117	有が、	646	+4=7	聚 荣 允	第代 70.4	聚 應	197F #52	, L	
					1		1	-+-	*	-			=			Γ				65
実施例 1-24	q	SR2410	35			1	+	+	1	50		1	: :							65
実施例 1-25	b	,	35			_	1	+		2			= =							65
1	-	,	35							25		1								8
ı i —	a	,	07							9	1		3							80
. [.	,	,	20			-				99			2					1.		2
. '		,	20							40			\$							æ
来版71 - 29	- 4	"	20							20			8							80
	, .	*	2			-				20			8						!	3 8
天相四 1 - 31	- -		3 6		۶	T	1						09						2	3
米瓶町1-32	٥		3		2 9	1													47	g
実施例 1-33	ø	,,	2		9	1	1		T	1.7										95
実施例 1-34	æ	"	2		48	1			T	-									24	95
実施例 1-35	٩		5		24					=			T				_		25	66
	٩	ï			74								;							8
1-4	4.	,	1		37					31								\perp	25	L
- ا	-	,	-															1		٦
-	-	•	0.8							22			74. 2				1	1	_	200
光記 140	ء	*	20		46					4								\downarrow	١٤	1
X 65 7 1 2 2 2 2 4 4 1	1	*	20		္က					10							\downarrow	\downarrow	15	1
. -	1		20	L						\$						\perp	1	1	-	$oldsymbol{\perp}$
		2	40		5					22			:		\perp		1	.	1	65
实施例 1-44	L	z	35							24			= :			1	1	1		65
実施例 1-45	<u> </u>	*	35							25			= :			1	1	_	\perp	39
東施例1-46	Ĺ.	*	35							25			= 5		1	1	1			8
実施例 1-47	ļ _	`	50										3	\perp	\downarrow	-	_	-	_	8
政施例 1-48	٥	*	50							\$			\$	\perp	1	1	1	1	1	2
_	↓_	*	20							ê			2					4	-	
*) 含有量	はシリコ	含有量はシリコーン樹脂+顔料の合計に対する値	類的の合計	に対す		(質輯%)	(**	表 1	級無											

【0090】 【表4】

 C_{i}

(14)

開2003-303711

25 888 888 80 酸化 104 酸化鉄 7-07 141P 8 8 8 9 7787 7487 有棒 菜 20 40 \$ \$ **) 表1参照 京 出 発 劉茲 蜜化 建秦 影が *) 含有量はシリコーン樹脂+顔料の合計に対する値(質量%) 凝 454 8 8 8 11/4 -CA1/2 含有品 シリコーン 樹脂 * 2 2 2 2 2 2 2 2 3 種類 SR2400 SR2400 SH805 SR2400 SR2400 R925 R925 o ρ 9 9 <u>م</u> Q.

実施例 1-50 実施例 1-51 実施例 1-52 実施例 1-53 実施例 1-54 実施例 1-55 実施例 1-56 [0091] -【表 5】

10

20

30

40

	2	0	0	3	_	3	0	3	7	1	1
•	,										

【表3-1】 ☑4		**	岳 炒 末					Ħ	金	ý			
3	准合方	法	籢	#¥	段形用	机能			#	数 括 採	TTV		
	小女女 田路	脚舶	75-7	付着屋		ら仙舗	比抵抗	田屋	対的強に対する値	公	鉄揖 (10kHz, 0, 1T)	手折れ試験	
		(s)		(知識%)	(MPa)		(m 8 m)	(Mg/m)	\sim	(1116)	(¶/kg)		
実施例1-1	イェジェル	400	1	0.5			217	6.98	68	72	38.0	折れない	27
実施例1-2	**************************************		1	-			327	6,81	87	7.1	31.3	折れない	,
実施例1-3	_		0.67	co		•	630	6.37	81	56	30.0	折れない	
実施例 1-4			1	10			1201	5.38	89	32	27. 4	折れない	
実施例 1-5			0.67	10	•		1301	5.37	89	32	27.3	折れない	
実施例1-6			0.67	5		••••	1048	6, 82	87	7.1	25. 6	折れない	
実施例 1-7			0.67	10		•	2398	5.63	72	35	24.7	折れない	
-			0.67	15	989	育り	2403	6.08	LL	65	24.7	折れない	
実施例 1 - 9			0.67	10			2498	5. 42	69	33	24. 7	折れない	
実施例 1-10			0.67	5	-		1835	6. 43	82	99	22. 9	折れない	
東施例 1-11			0.67	10			3467	5.37	89	33	22. 5	折れない	
英簡例 1-12			0.67	15			5798	5.08	99	31	22. 3	折れない	•
実施例 1-13			0.67	20			8413	4.88	82	31	22. 2	折れない	13)
実施例 1-14			0.67	25			9413	4.84	79	31	22. 2	折れない	
実施例 1-15			0.67	15			2982	6.42	82	4.1	22. 6	折れない	
実施例 1-16			0.67	15			3029	5.07	99	30	23.6	折れない	
実施例 1-17			0.67	10			10213	4.36	62	40	1.2	折れない	
実施例 1-18	転動流動造	的造粒機	0.67	5			4572	6.35	81	59	21.3	折れない	
1	ヘンシェル	400	0.67	10		無い	300000	5. 42	69	30	45.0	折れない	
実施例 1-20	**サー		0.67	0,01	1176		103	7.62	97	58	43.0	折れない	
4			0.67	0, 1	2	有り	120	7, 53	96	81	42.0	折れない	
4			0.67	10	989		2013	5, 85	74	40	27.8	折れない	
実施例 1-23			0.67	0.5	1176		275	7, 59	97	111	32.5	折れない	
打較多 1-1	人ドシェル	9	* 1	10			2.0	5, 38	89	21	御定できず	折れない	2
_	**		0	15	908	 \$	0.1	5.08	65	21	顔定できず	折れない	3
元数例1-3			0.67	15	2	r P	0.3	5.12	65	21	御定できず	折れない)2
_			#	5			15	6.43	82	測定できず	40	折れる	U
1		1	0.67	10			100	4.28	54	測定できず	跗定できず	折れる	0 3
比較例 1-6			0.67	3			0.2	5.13	65	20	砌定できず	折れない	3 —
	*	顔料なし	٠.								_		3

[0092]

【表6】

		林	14 22				H	148				
⊠	14		4 1	ŧ	1		3			İ		-
	用いつ矢	ſ	数	≅ ¥.	成形用	第二			## ##	結果		
	田路	聖(2	拉那一個本	在 中 中 中 中 中 中 中 中 中 中 中 中 中 中 中 中	(100)	の加無	比据抗	政政(1/2/2)	募 变废话	药 遊 佐 平	(19以第2.6.17)	手折れ試験
城福约 1-24	クドゲイク	99	0.54	(Mary 1	(41.0)		(A 36 U)	7 13	È -	(A 1 A C)	98.9	## # 12.13
 東施例 1-25	1++1		0.54	2	686		860	6 84	87	99	34 1	がただい
実施例 1-26		1	0.54		}		3		5	33	1	1 2 2 2
١.		_	J. 0	- 1		1	71,0	0, 33	83	36	36.2	かれない
<u>.</u>			0.25	0.1	980		165	7.52	96	120	35.5	折れない
_ _		1	0, 25	0.5	000		950	1.21	85	104	31.4	折れない
実施例 1-29			0.25	0.5	090		1250	7.24	9.5	104	26.1	折れない
奥施例 1 - 30		1	0.25	0.1	1176	ı	152	7.62	97	128	40.5	折れない
11		4	0.25	0.5	989	有り	2342	7.24	92	104	27.3	折れない
		1	0.25	0.2	980	1	546	7.50	92	123	31.2	折れない
4	机動流動造机	造粒機 一	0.05	0.1	1176		120	7.63	9.1	129	34.5	折れない
		1	0,05	0.5	989	L.,	2342	7.12	91	06	29. 4	折れない
_			0.05	0.2	882	L	198	7. 45	95	111	36.7	折れない
		1.	0, 01	0.1	1176		81	7. 61	97	122	48.2	折れない
<u> </u>		I	0.01	0.5	704		342	7.32	93	101	28.9	折れない
- 38	Ì	\dashv	0.01	0.2	,		125	7.40	94	108	35. 6	折れない
- 39	1 'Y	6 - 기	0.008				321	7.10	06	82	31.3	折れない
米馬包 1 - 40	1 4 4 1	J.	1.00	-			380	6.92	88	70	31.3	折れない
1]			1.00	-	989		324	6.91	88	10	34. 5	折れない
<u> </u>		1	1.00			L	285	6.93	88	70	36.8	折れない
米馬包 1 - 43			0.67				189	6.90	88	70	39.0	折れない
联陷空 1 - 44			0.54	0.5			43	7.66	16	135	63.0	折れない
米商约 1 - 45	;		0.54	0.2	1470		39	7.72	86	140	74.0	折れない
ı I	転動流動造位機	転	0.54	0.5	2		81	7.69	86	129	52.0	折れない
يا.		1	0. 25	0.5			127	7.68	86	125	40.0	折れない
1			0. 25	0.5	980	!	152	7.58	96	110	35.0	折れない
米福四 1-49			0. 25	0.5	1960		84	7.76	66	154	75.3	折れない。

[0093]

【表7】

表3-3]												
₩		**	胡 炒 末					田	签	ڼ		
3	混合方法	#1	苺	礟	成形圧	無點			試	#	*	
	使用機器	日本	7/17-7 極脂	付着量		の加無	比抵抗	超	度るに信	次部氏 1883年		手折れ試験
		(s)	α	(知由水)	(MPa)		(m O m)	(Mg/u³)	,8	(7 1 7)	(W/kg)	
施例 1-50	リェゲスト	400	0.25	0.1	086		180	7.51	96	120	35.8	折れない
福安1-51	ニキサー		0.25	0.5	989	_	2380	7.24	92	104	27.4	折れない
- Z	,		0. 25	0.5	1470	<u>.</u>	127	7.67	86	125	40.0	折れない
긔	転動流動は		0.25	0.5	086	年の	152	7. 59	97	110	34.9	折れない
	4	,	0.25	0.5	1470	.	45	7.70	86	128	78.3	折れない
			0, 25	0.5	1470		58	7. 69	86	130	71.0	折れない
酒炒 1-56			0.25	0.5	1470	L.,	79	7.71	86	131	65.3	折れない

【0094】実施例は、いずれも比抵抗が高く、鉄損が低い圧粉磁心が得られている。なお、顔料に主としてアルミナを用いた実施例1-6は、同一量の顔料を添加した実施例1-3に比べ比抵抗が高く、鉄損が低減している。また、顔料にアルミナ、タルク、チタニア、有機ベント

ナイト、酸化鉄、酸化クロム、酸化銅を用いた実施例1-10は、同一量の顔料を添加した実施例1-3 および実施例1-6 にくらべ、比抵抗が高く、鉄損が低減している。また、鉄基粉末としてセンダスト粉末を用いた実施例1-17は、同じ種類の塗料を用いた実施例1-10と同様に、比抵抗が高く、鉄損が低減しており、本発明は合金粉末においても有効であることがわかる。また、塗料の添加方法を、転動流動造粒機を用いて噴霧する方法とした実施例1-18は、同じ塗料を同一量添加した実施例1-10にくら

10 べ、比抵抗が高く、鉄損が低減している。噴霧による方法が有効であることがわかる。また、焼鈍を実施しない実施例1-19は、焼鈍を実施した実施例1-11にくらべ、比抵抗が著しく高いが、鉄損が高い。

【0095】実施例1-28および実施例1-29は、使用する 塗料の組成以外は同じ条件で作製した試料である。タル ク比率の多い実施例1-29の方が比抵抗が高く低鉄損であ った。これより、塗料組成はタルク比率が多い方が比抵 抗が高くなり低鉄損になることがわかる。一方、本発明 の範囲を外れる比較例は、いずれも低い比抵抗が極端に 20 低下している。

【0096】シリコーン樹脂だけを添加した比較例1-「、顔料だけを添加した比較例1-2 は、いずれも比抵抗が極端に低下している。また鉄損が非常に大きくなり、測定できなかった。シリコーン樹脂に代えてエポキシ樹脂を用いた比較例1-3 及びシリコーン樹脂のかわりにフェノール樹脂を用いた比較例1-6 は、焼鈍後の比抵抗がきわめて低くなり、また、鉄損が著しく増加し、測定できなかった。シリカゾルを用いた比較例1-4、1-5 は、いずれも試料がもろく、手で折ることができた。また、30 リングも非常にもろく巻線ができなかった。そのため、磁気特性は調べることができなかった。

【0097】(実施例2) 鉄を主成分とする原料粉末として、表1に示す、川崎製鉄(株)製の鉄粉 "KIP-304 A" (No. b)を用い、この鉄を主成分とする原料粉末に、予め、表4に示す化合物(物質)を含む被膜を下層被膜として形成する表面処理を施し、次工程の原料粉末とした。なお、下層被膜を形成する表面処理は、原料粉末に、表4に示す各種化合物を含む溶液を添加または噴霧して攪拌、混合したのち、ドラフト内で24h放置し、乾燥することにより行った。ただし、実施例2-36~2-38

40 乾燥することにより行った。ただし、実施例2-36~2-38 は大気中で10分350 ℃に加熱し、さらに100 ℃で60分加熱して乾燥させた。溶液中の化合物の濃度は5質量%とした。原料粉末への化合物の添加量が表4に示す値になるように溶液の添加あるいは噴霧を行った。たとえば、原料粉末への化合物の添加量が0.05質量%であるとすると、原料粉末に対して添加あるいは噴霧した溶液の量は1質量%となる。ただし、実施例2-32については希釈せずに、シラン化合物を、そのまま原料粉末へ添加して混合した。

また、顔料にアルミナ、タルク、チタニア、有機ベント 50 【0098】鉄を主成分とする原料粉末と各種化合物を

含む溶液との攪拌、混合は、ヘンシェルミキサーまたは 転動流動造粒機を利用した。ヘンシェルミキサーを利用 した場合は、鉄を主成分とする原料粉末に各種化合物を 含む溶液全量を添加し、次に攪拌混合した。混合時間 は、 400秒とした。なお、被膜の付着量は、溶液の添加 量を変化させて表6に示す値にそれぞれ調整した。

【0099】転動流動造粒機を利用した場合には、まず 鉄を主成分とする粉末を流動槽内で流動化させ、次にスプレーノズルを通して溶液を鉄を主成分とする粉末に添加した。溶液の添加が終了した後、乾燥のため、1200秒 流動させた。なお、被膜の付着量は、溶液の噴霧量を変化させて表6に示す値にそれぞれ調整した。ついで、表4に示すような物質(化合物)を含む被膜(下層被膜)を表面に形成した原料粉末に対し、さらに、(実施例1)と同様に、シリコーン樹脂と顔料を表5に示す合有量となるように溶剤に添加した塗料を、添加あるいは噴霧して攪拌、混合を行った。攪拌、混合はヘンシェルミキサーまたは転動流動造粒機を用いた。付着量は、表6に示したとおりである。装置の運転は、それぞれ(実施例1)と同様の方法とした。

【0100】これらの処理により、前記した下層被膜の上に上層被膜としてシリコーン樹脂と顔料を含む被膜(上層被膜)が形成された、下層被膜および上層被膜を有する鉄基粉末が得られた。なお、シリコーン樹脂と顔料を含む被膜(上層被膜)を形成せず、下層被膜のみの

鉄基粉末を比較例とした。上記のようにして得られた表面に被膜を有する鉄基粉末に、ついで潤滑剤を添加、混合した。潤滑剤は、ステアリン酸亜鉛を用いた。潤滑剤の添加量は、鉄基粉末 100重量部に対して0.25重量部と

【0101】潤滑剤の添加、混合は次の手順で行った。まず、鉄基粉末を袋に入れ、つぎに所定量の潤滑剤を、その袋中に添加した。その後、その袋の口を厳重に閉じた上で、袋全体を振動させて潤滑剤を鉄基粉末全体に均一になるように混合した。得られた混合粉末を、表6に示した成形圧にて室温(25℃)条件下にて加圧成形して磁気測定用のリング試料(外径38mmの、内径25mmの、高さ6.2mm)と、比抵抗測定用の直方体試料(幅10mm、長さ35mm、高さ6.2mm)の圧粉成形体を得た。

【0102】得られた圧粉成形体に 800℃、窒素雰囲気中で1時間焼鈍を施した。これらの焼鈍済み圧粉成形体(圧粉磁心)について、(実施例1)と同様に、圧粉磁心の密度、比抵抗、10kHz でのインダクタンス、および10kHz、0.1Tでの鉄損を測定した。また、手折れ試験を20 実施した。なお、測定方法、試験方法は(実施例1)と同様とした。

【0103】得られた結果を表6に示す。

[0104]

【表8】

35 【装 4 - 1】

		,		·	
原料粉末	鉄を主成 分とする	混合	方法	溶 液	
No.	粉末	使用機器	時間 S	化合物 種類:(質量%*)	溶 媒
Α	KIP-304A	ヘンシェル	400	アミノブロビルトリエトキシシラン:0.05	エタノール
В		349-	1	シリルバーオキサイド: 0.05	<u>·</u>
С				f + f 1 / 1 a E n f 9 2 - 1 : 0 . 0 5	
D				テトライソプロビルチタネート: 0.025. イソプロボキシテタニウムステアレート: 0.025	
E				デトライソプロビルチタネート: 0.02. テトラブテルチタネート: 0.02 テトラステブリルチタネート: 0.01	
F				ジルコニウムカップリング剤:0.05	-
G				リン酸:0,05	
н				リン酸エステル: 0. 05	
1				有機クロム 酸塩:0.05	
J		転動 造粒		リン酸:0.04 アミノブロビルトリエトキンシラン:0.01	
K				リン酸:0.05	
L		-	-	-	_
М		転動? 造粒		メテルトリメトキシシラン: 0.1	エタノール
N		垣 位 (52	メチルトリメトキシシラン: 0. 5	
0				メチルトリメトキンシラン: 1.0	
P				ジメチルジメトキンシラン: 0. 05	-
Q				ジメチルジメトキンシラン: 0. 2	
R			ĺ	フェニルトリメトキシシラン:0.5	1
S	1		ĺ	フェニルトリメトキシシラン:2.0	-
Т				フェニルトリエトキシンラン: 0.5	1 1
U				ヘブタデカトリフルオロデシルトリメトキシシラン: 1.0	1
v				エチルシリケート: 1.0	19/-1 95%
w				加水分解処理済エテルシリケート:0.5	水 5 %の 混合溶液
х		·		メチルシリケート: O. 1	1
Y		ヘンシェル ミキサー	400	メチルトリメトキシシラン:0.5	-**

*)鉄を主成分とする粉末全量に対する **)溶剤を使用しない

[0105]

【表9】



原料 粉末	鉄を主成 分とする	混合方法	溶 液	
No.	粉末	使用機器	化合物* 種類:(質量%)	溶媒
Z 1	KIP-304A	\$* \$L >+ \$L	ガラス状絶縁物1:0.1	水
Z 2	. *	転動流動 造粒機	ガラス状絶縁物 2:0.1	
Z 3			ガラス状絶縁物 3:0.1	

*) 化合物

- ・ガラス状絶縁物1は、第一リン酸A1 100質量部、リン酸10質量部、重クロム酸カリウム20重量部、重クロム酸アンモニウム5質量部、オキシエチレンオキシプロピレンプロックポリマー0.5 質量部、硼酸5質量部となるように配合した濃度が5質量%の水溶液。
- ・ガラス状絶縁物 2 は、第一リン酸Ca 100質量部、リン酸10質量部、重クロム酸カリウム20重量部、重クロム酸アンモニウム 5 質量部、オキシエチレンオキシプロピレンブロックポリマー0.5 質量部、硼酸 5 質量部となるように配合した濃度が 5 質量
- ・ガラス状絶縁物 3 は、第一リン酸 2n 100質量部、リン酸10質量部、重クロム酸カリウム20重量部、重クロム酸アンモニウム 5 質量部、オキシエチレンオキシプロピレンプロックポリマー0.5 質量部、硼酸 5 質量部となるように配合した濃度が 5 質量

[0106]

【表10】

\$1 : シリコン化合物(メチルトリメトキシシラン) \$2 : シリコン化合物(ジメチルジメトキシシラン)

表5-1】			*	<u> </u>			*	\$ **			*	備考
区分	原料粉末	シリコーン 木	対階 *		顏			料			3有量	
	No. ***	種類	含有量	フルミナ	有機やけ仆	927	79-7	酸化鉄	酸化加	酸化銅		
E施例 2 - 1	Α	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
医施例2-2	В	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例2-3	С	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
契施例 2 - 4	D	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2 - 5	E	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
契施例 2 - 6	F	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
契施例 2 - 7	G	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
建施卵2 — 8	н	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例2-9	I	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2 - 10	J	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
支施例 2 - 11	K	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	60	
実施例 2-12	L	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2_	60	リン酸:0.05****
実施例 2 - 13	G	SR2410	20	66		14	I				80	
実施例2-14	A	SR2410	20	40		40		Γ			80	
実施例 2-15	K	SR2410	20	40		40	Γ		i	<u></u>	80	
実施例 2-16	C	SR2410	10	76		14					90	
比較例 2 - 1	G					T .	1	T	l		0	
比較例2-2	A		_				I				0	
宴施例2-17	M	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2 - 18	N	SR2410	20	40		40		Ι			80	
実施例 2 - 19	0	SR2410	20	40		40		Ι		L	80	
実施例 2 - 20	0	SR2410	20	40	T	40			L		80	
実施例 2 - 21	P	SR2410	20	40		40					80	ļ
実施例 2 - 22	Q	SR2410	20	40		40		1		1	80	
実施例 2 - 23	R	SR2410	20	40		40		1			80	<u> </u>
実施例 2 - 24	S	SR2410	20	40		40	L		L		80	ļ
実施例 2 - 25	· T	SR2410	20	40		40		1			80	
実施例 2 - 26	U	SR2410	20	40		40					80	
実施例 2 - 27	L	SR2410	20	40		40			<u> </u>		80	\$1:0.5***
実施例 2 - 28	L	SR2410	20	40		40	1		<u> </u>		80	\$2:1.0****
実施例 2-29	V	SR2410	20	40		40		<u> </u>			80	
実施例 2 - 30		SR2410	20	40		40		L			80	
実施例 2 - 31		SR2410	20	40		40					80	ļ
実施例 2 32		SR2410	20	40	T	40	1				80	·

30

*) 含有量はシリコーン樹脂+顔料の合計に対する値(質量%) **) 塑料の溶剤はキシレンを使用 ***) 表 4 参照 ****) 鉄基粉末全量に対する含有量(質量%)

[0107]

【表11】

	_			_	т-	_	41	<u> </u>	_
	妝	•							
	趣	l							
		→ 中 中 中 中	. ↓ . ↓	£	8 8	8 &	8 8	8 8	8 8
			かり部	200					
			あんりかん	2 (0)					
	** **	¥	お一般						
			7-6+						
			4114		64	64	9	9	9
		癌	有様ベハナイト						
			74:47	8	8	8	8	9	40
	倒	幹脂 *	含有量	82	02	22	02	8	20
		刈3-7 樹脂 *	種類	SR2400	SH805	SH805	SR2410	SR2410	SR2410
	日本はおり	No ***		24	S	>	Z 1	2 2	Z 3
[表5-2]	×4;	3		実施例 2-33	実施例2-34	実施例 2-35	実施例 2-36	実施例2-37	実施例2-38

合有量はシリコーン格脂+顔料の合計に対する値(質量%) 登料の溶剤はキシレンを使用 表4参照 鉄基粉末全量に対する含有量(質量%)

(*** ****

【0108】 【表12】

10

20

30

(μΩπ) (ψg/π²) (ψg/m²)	年を
850 820 820 830 830 830 830 1010 1020 1020 1020 1020 1020 1020 10	
有り	0
4年 180 100	2
100 10	3
870 1010 1010 1010 1010 1020 1020 1020 10	
100 10	
100 1010 1010 1020 1020 1150 1150 1250 12	
1010 1020 1020 1115 1150 1250 1240 1240 1240 1240 1240 1240 1240 124	
1020 1150 1150 1250 1540 1540 1200 1200 1200 1200 1200 1200 1200 12	
1115 1115 1115 1115 1115 1115 1125 1125 1124 1124 1124 1120	
1250 1540 1540 1540 0.1 1240 1200 1200 1200 1200 1200 1200 120	
1540 1540 100 100 120 120 120 120 120 12	
4年り 0.1 1240 230 1200 290 1200 1200 1200 1200 1200 1200 1	
有り 0.1 1240 1240 230 290 1200 有り 940 1230 1230 23500 890 910	
10.08 1240 230 290 1200 1200 1200 12300 890 890 910	980
210 290 1200 1200 120 120 120 12310 23500 890 910	686
290 1200 1200 120 120 120 12300 23500 890 910	143
1200 1200 1200 1200 1200 12300 1200	1470
有り 960 120 120 12300 23500 890 910	1470
120 120 12310 23500 890 910	욣
120 12310 23500 890 910	1178
23500 23500 890 910	1960
23500 890 910	8
890	8
910	욿
700	1176
201	1470
3980	1470
3520	1470
2980	1470
170 200 7.67	틝

[0109] 【表13】

[表6-2]			þ	#					Ħ	25	海		
į			张	₩ ₩				4		4	THE THE	İ	
KX1		袋		世			限形配	a 2	12	١	4		4 16 15
	13.0			K.			Е	子芹だ	世紀	自形形	松雅开		##T#
		F		174 4 5	9				<u>.</u>		An ViC Taken	(10.02 0 1T)	1160
	多米		四年1	低台力は	, / liv	在衛母	(加無			500	机场面中	(TUKITZ. V. 117	
		仮膜の種類		使用機器	を変えを		₽	(m Qm)	(Mg/m³)		(HIAC)	(¶/kg)	
			(AHA)				1		1	L	150	6 LP	作れない
00	٦	かん いっこ	ני		0.25	0.05	1960	125	£.:	8	201	3.15	
米語型 2 - 33	z	ンソコノルロ4列	;	,					┞	5	17	31.5	作わない
本体のリカー3人	U	ショコンル会場	2.0		0.25	2.0	989	11980		à	7	2	
天加田四 2 - 04	9	2000	i					100	\vdash	80	140	27.0	一 た な な い
安権回り一名	>	ションナが数	1.0	原製活動	0.25	0.5	1470	28	1. 1.	8			
200 7 (ABIVA				道位機			_			g	140	29.4	一方れない
澳施 例 2 — 36	21	リン化合物	0,1		0, 25	0.2	1470 19	明り IBNO		8	<u>.</u>		
		ナプログルローが					Ţ		╀	g	125	31.8	作れない
実施例 2 — 37	22	リン化合物、水合物	0.1		0. 25	0.2	1470	1210	 	8 	ner –	2	
		ナンロシルローシ		- ,			Ţ		+	2	196	32.4	布むない
実施例 2 — 38	£ Z	リン化合物+クロム化合物	0.1		0.25	0.2	1470	1190	7. 67	8	100		
		*)					•						

【0110】実施例は、いずれも比抵抗が高く、絶縁性 が向上した、鉄損が低い圧粉磁心が得られている。実施 例2-1 ~2-10はいずれも、表面にシリコーン樹脂と顔料 を含む被膜のみの場合(実施例1-23)に比べ、絶縁性が

む被膜を形成しない、比較例2-1 ~2-2 に比べても絶縁 性は良好であり、鉄損も低い。また、下層被膜形成時の 混合に転動流動造粒機を利用した実施例2-11は、ヘンシ ェルミキサーを利用した実施例2-7 に比べ、絶縁性が向 上し、鉄損が低下している。

【0111】 塗料に、リン酸またはシリコン化合物を添 加、混合し、下層被膜処理と上層被膜処理を同一プロセ スで行えるようにした塗料を準備し、この塗料を、鉄を 主成分とする粉末に添加、混合して、表面にシリコーン 10 樹脂と顔料、さらに化合物を含む被膜を形成した鉄基粉 末を使用した実施例2-12および実施例2-27、2-28は、シ リコーン樹脂と顔料のみを含む被膜を有する実施例1-23 に比べ、絶縁性が向上し、鉄損が低減している。なお、 被膜中のリン酸またはシリコン化合物含有量が、鉄基粉 末全量に対し、表5に示した量となるように化合物を塗 料に添加した。

【0112】(実施例3) 鉄を主成分とする原料粉末と して、表1に示す、川崎製鉄(株)製の鉄粉 "KIP-304 A" (粉末No.=b) を篩目#100 、あるいは篩目#200 20 の篩で分級し、その篩(篩目#100) 上の粉である "KI P-304A+#100"(原料粉末No.=e) およびその篩(篩自 #200) 下の粉である "KIP-304A-#200" (原料粉末N o.=f) に、予め、表7に示す化合物を含む被膜を下層 被膜として形成する表面処理を施し、次工程の原料粉末 (原料粉末No. = GA, GB, GC, GD, GE, GF)とした。な お、下層被膜を形成する表面処理は、原料粉末 (No.= e,f) に、表7に示す化合物を含む溶液を添加して攪 拌、混合したのち、ドラフト内で24h放置し、乾燥する ことにより行った。なお、溶液中の化合物の濃度は5質 30 量%とした。また、原料粉末への化合物の添加は、該化 合物添加量が表7に示す値となるように化合物を含む溶 液を原料粉末に添加して行った。

【0113】攪拌、混合は、鉄を主成分とする粉末に、 化合物を含む溶液全量を添加し、ヘンシェルミキサーを 利用して、下層被膜を形成した原料粉末とした。混合時 間は、 400秒とした。ついで、上記したような原料粉末 (No. = e, f, GA, GB, GC, GD, GE, GF)に、(実施例 1) と同様に、シリコーン樹脂と顔料を表8に示す含有 量となるように溶剤に添加した塗料を、添加し、ヘンシ 40 エルミキサーを利用し攪拌混合した。得られた粉末に、 ついで乾燥処理を施した。乾燥処理は、攪拌、混合後、 室温にて10時間放置し、さらに 250℃で 120分加熱乾燥 した。これらの処理により、粉末表面あるいは下層被膜 の上に、シリコーン樹脂と顔料を含む被膜 (上層被膜) が形成された鉄基粉末が得られた。

【0114】上記のようにして得られた、 表面に被膜を 有する鉄基粉末に、ついで潤滑剤を添加、混合した。潤 滑剤は、ステアリン酸亜鉛を用いた。潤滑剤の添加量 は、鉄基粉末 100重量部に対して0.25重量部とした。潤 向上している。また、表面にシリコーン樹脂と顔料を含 50 滑剤の添加、混合は、(実施例2)と同様に行った。得

成分とする粉末全量に対す 照

44

鉄麦

られた混合粉末を、表9に示した成形圧にて室温(25 ℃) 条件下にて加圧成形して磁気測定用のリング試料 (外径38mm φ、内径25mm φ、高さ6.2mm) と、比抵抗測 定用の直方体試料(幅10mm、長さ35mm、高さ6.2mm)の 圧粉成形体を得た。

【0115】得られた圧粉成形体に 800℃、窒素雰囲気 中で1時間焼鈍を施した。これらの焼鈍済み圧粉成形体 (圧粉磁心) について、(実施例1) と同様に、圧粉磁 心の密度、比抵抗、10kHz でのインダクタンス、および 10kHz 、0.1Tでの鉄損を測定した。また、手折試験を実 10 施した。なお、測定方法、試験方法は(実施例1)と同 様とした。

【0116】また、得られた焼鈍済み圧粉成形体(圧粉 磁心) について、リング試料を用いてさらに、1kHz、 0.1Tの鉄損および、印加磁界H=10000 A/mとしたと きの磁束密度B10000 、あるいは5kHz 、0.1Tの鉄損を 測定した。鉄損は、リング試料に、0.6mm φのホルマル 被覆導線を、1次側、2次側ともに40巻きして作成した コイルを用い、アジレントテクノロジー社製のB-H アナ ライザー(E5060A)にて測定した。磁束密度は、リング 試料に、0.6mm φのホルマル被覆導線を、1次側100 巻 き、2次側20巻きして作成したコイルを用い、横河電機 製磁気ヒステリシスループトレーサー3257型を用いて測 定した。なお、(実施例1)で作製した焼鈍済み圧粉成 形体(圧粉磁心)実施例1-23の試料についても同様に測 定した。

【0117】得られた結果を表9に示す。

[0118]

【表14】

化合物種類:(質量%*)
4
リン製:0.05
メチルトリメトキシシラン:0.3
メチルトリメトキシンラン:0.5
メチルトリメトキシシラン:1.0
メチルトリメトキシシラン:1.0

[0119] 【表15】

30

-25-

49	

1001											
1	70 ₹				劉		粱				
S d		シリコー	ン整脂			題		並			
		種類	含有量	アルミ	有構作	4114	79=	酸化鉄	縣化	酸化铜	合合
実施例3-1	a	SR2410	40	36	2	8	80	2	2	2	09
実施例3-2	G A	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	90
実施例3-3	Ð	SR2410	20	40		40					80
実施例3-4	G A	SR2410	20	40		40					80
実施例3-5	Į	SR2410	20	40		40					80
実施例3-6	อ	SR2410	40	36	2	80	80	2	2	2	09
実施例3-7	2 5	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	09
実施例3-8	ə	SR2410	20	40		40					08
実施例3-9	СЭ	SR2410	20	40		40					80
実施例3-10	G E	SR2410	20	40		40					80
実施例3-11	f	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	09
実施例3-12	G B	SR2410	40	36	2	8	80	2	2	2	09
実施例3-13	f	SR2410	20	40		40					8
実施例3-14	G B	SR2410	20	40		40					88
実施例3-15	G F	SR2410	20	40		40					08
実施例3-16	GF	SR2410	02	40		40					08
実施例 1-23	þ	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	09

[0120]

【表16】

			3	51)					(27)								月	2 (0 0	3
				HACH			作れない	作れない	析れない	作れない	Frates	#Fr tel	##	Fritch	## £ £ £	fronte.	折れない	折れない	折れない	折れない	Frie	作れない	作れない	
				REDWER	B 10000	(T)	1	1	15	1.65	· **	1	, K	£ 8		2		1	1 #		1 7		1.50	1
				Γ.	(5kBz. 0. 2T)	(¶/)(g)	1.				-	 		-	 	-	83	42	35	33	37	34	65	
				Γ	(116kg, 0, 17)	(1 /kg)	2.30	2.23	2.12	2.01	1.76	2.50	2. 60	2.20	2. 18	88.	-	-	-		-	-	8	
	ڼ		₩		(10kHz. 0.1T)	(¶/kg)	45.2	32.5	42.1	34. 3	24.1	34.3	34. 5	33.4	33.0	31.2	28.1	23. 2	27. 4	21.2	30, 1	23.1	32. 5 2.	
	甜		南	松瀬井	4) Zabisti	# IAC	110	129	137	143	136	82	12	8 <u>11</u>	117	150	83	8	96	102	72	135 2	117 3	
	田野	1	E		いる。	<u>8</u>	88	93	88	97	86	83	35	96	98	88	38	88	96	96	91	88	97	
•				品		(Mg/m³)	7.67	7. 65	7.67	7.66	7.67	7.28	7. 28	7.53	7.52	7.70	7.54	2.53	7. 153	7.54	7.12	2.68	7. 59	
						(mgm)	ᅙ	180	55	232	430	360	678	210	312	99	450	1020	210	1402	3980	1201	275	
		_		の値		1			有り					有り				i	在 の 一下			_1_	\dashv	
			T 影	T	<u>~</u> €,	_		1176			1470	989		980		1470	:	e ::			98 1	1470	9	
			15		付着国	3							•			0.2			; ;		-		0.0	
			_	1	響が無		0, 67		8	3		0.67		į	3		0.67		0.25			23 0		
1	张	樫		-1:-	器(s					400	<u></u>							_L_				Ţ	-	
ļ	货	級		混合方法	使用機器					シェンル	++												-	
		~	1	中級七		1	0.05	,	0.05			0.3		0.5	0		0.05	T	0.05	1.0	1.0			
			۴	被職の確如	Kar viva		小化合物	1	小化合物		,	ジリンイと合物	1	ツン化合物	バリンイと合物		小化合物		小化合物	バン化合物		 		
						3-1	3-2	3 - 3	4-	- 5	9-	- 2 %	80	9	- 10	F	-12 45	-13	-14	-15 27	-16	23		

【0121】実施例1-23に比べ粒径の大きい原料粉末 (鉄を主成分とする粉末)を用いた実施例3-1、実施例3 -2 では、実施例1-23に比べ1kHz 、0.1Tの鉄損が低減 し、また、磁束密度 B 10000 が 0.1T以上大きくなってい る。また、-#200 の原料粉末を用い、1176MPa にて加圧

成形した実施例3-5 は、細かい粒径の粉末を用いたにも かかわらず高い圧粉密度を示し、その磁束密度B10000 も高かった。一方、10kHz、0.1Tの鉄損は、大きな粒径 を用いたものよりも低く、細かい原料粉末を用い、かつ 50 高圧で成形すると高い磁束密度と低鉄損を両立できるこ

とがわかる。また、実施例1-23に比べ粒径の小さな原料 粉末を用いた実施例3-11~実施例3-14では、実施例1-23 に比べ5kHz、0.2Tの鉄損および10kHz、0.1Tの鉄損が いずれも低減している。

【0122】図1は、成形圧と圧粉磁心の密度の関係を示したものである。成形圧が上昇するに従って圧粉磁心の密度は上昇し、この実施例で示した鉄基粉末では、成形圧が980MPa以上で真密度に対して95%以上の密度を示す圧粉磁心が得られた。また、図2は、圧粉磁心の密度と磁束密度の関係を示したものである。圧粉磁心の密度の上昇に従って磁束密度の上昇が認められ、さらに圧粉磁心の密度7.47Mg/m³以上では圧粉磁心の密度の上昇に対して磁束密度の向上度合いが著しく大きくなった。圧粉磁心の密度が真密度に対して95%以上の値を示したときに、磁束密度などの磁気特性が顕著に改善するため、圧粉磁心の密度を真密度の95%以上とするのが好ましいことがわかる。

【0123】さらに、圧粉磁心の密度が、真密度に対して98%以上となる7.70Mg/m³以上となると、磁束密度B10000は1.70T以上となり、電磁鋼板を用いた場合と同20等の磁束密度を実現する。これは、モータなどのように高トルク出力が求められるような用途へも本発明が適用可能であることを示している。

(実施例4) 実施例4-1 ~実施例4-5 は、表10に示す

2種類の塗料を準備し、それぞれを表11に示す装置にて、同じく表11に示した付着量となるように添加して、鉄を主成分とする原料粉末の表面にシリコーン樹脂および顔料を含む塗料の被膜を形成せしめた。その際用いた鉄を主成分とする原料粉末も併せて表11に示す。

【0124】鉄を主成分とする原料粉末に添加する際に当たっては、まず1回目の被膜の形成を(実施例1)にて示した方法と同様の手順で行って乾燥させたのち、次に2回目の被膜の形成を同じく(実施例1)に示す方法と同様の手順を用いて行い、そのようにして得られた粉末を乾燥させて、目的の鉄基粉末を得た。実施例4-5では、鉄を主成分とする原料粉末として、リン酸による表面処理を行って、リン酸化合物を含む下層被膜を持つ粉末を用いた時の結果である。下層被膜を形成する表面処理は(実施例2)と同様の方法で行った。この原料粉末に、上記と同様に表10に示す塗料を表11に示す領で添加し、被膜を形成して目的の鉄基粉末を得た。

【0125】これらの鉄基粉末を用いて、(実施例1) と同様の試料を作製し、(実施例1)と同様の評価を実施した。その結果を表11に示す。本発明は複数の塗料 を順次被覆していった場合でも有効なことが分かる。

[0126]

【表17]

【表10】 :	55									00
						全科				
}	シリコ・	- ン格脂				超				
	種類	含有量	アルミナ	有機でけか	タルク	チタニア	酚化粧	高いかれ と	酸化铜	含有量合計
1回目被覆用塗料	SR2410	20	40		40				EX (Cap)	
2回目被覆用全科	SR2410	40	36	2	8	8	2	2	2	- 80 - 60

7丰;	1 1	_	,	,
177		_	1	

区分	!					-	铁 基 粉	* 末				
	原	干	層	L				上展	 B			
	原料粉末	ļ			上層	(1回目被覆)			上層(2回目被覆)]
	末	被膜の	付着量	混合	方法	被		混合力		被报	<u> </u>	1
	i	種類	(質量%)	麒	時間 (s)	ジリコーソ 機能を開発 R	付替量	使用機器	時間	刘J-Y 樹脂 顔料		一个图
実施例 4 - 1	b	 	 			′R	(質量%)		(s)	R	(質量%)	(GEES)
	 -	<u> </u>	ļ <u> </u>	心沙ェ 紀神	400		0. 25	ヘンシェ	400		0, 25	
実施例4-2	b			-"	,		0. 1	ルミキサ]	0, 4	
実施例 4 — 3	b		-			0.25	0.25	电影流動 流				
実施例 4 - 4	e	_		転遊	動				計工作	0.67	0. 25	0.5
SPHUBIA E	-	113. (1. A #4		造粒板		1	0.4	ヘンシェールミキサー	400		0.1	
実施例4-5	b	りい化合物	0.05				0.4	2.40	400		0.1	

【表11-2】

区分	L_			E 粉	雄心			
	成形 (LiPa	焼鉢の 有無		試	験結り			
	(TiPa		出版抗 (μΩm)	(Mg/m³)	真確度に 対する値 (%)	交流比 加速基本 μ _{1AC}	鉄損 (10kb, 0, 1T) (V/kg)	15th
実施例4-1			230	7. 21	92	94	38, 5	折れない
実施例4-2			190	7. 09	90	92	41, 2	折れない
実施例4-3	686	あり	395	7. 24	92	95	36, 2	thatis
実施例4-4		1	210	7. 27	92	92	39. 4	折れない
実施例 4 - 5			1345	7. 25	92	98	28. 1	折れない

【0127】 (実施例5) 実施例5-1 ~5-7 では、作製 30 条件を表12に示すものとし、(実施例1)および(実 施例2) と同様の手順で作製した鉄基粉末で圧粉磁心試 料を作製した。ここでは、成形圧1470MPa 、室温 (25 ℃) で加圧成形した後、同表のように焼鈍条件を変え た。なお、下層被膜用シリコン化合物にはメチルトリメ トキシシランを用いた。また、上層被膜用塗料は実施例 1-47と同じものを用いた(表2-2参照)。これらの試 料について(実施例1)と同様の手順で特性を評価し た。その結果を表12に示す。焼鈍温度を上げていくに

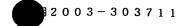
従って、鉄損は低減していき、特に焼鈍温度を 400℃以 上としたときに顕著な鉄損低減が認められる。焼鈍温度 を上昇させるに従って、初透磁率は上昇した。これよ り、本発明で得られる圧粉磁心は焼鈍をすることにより 磁気特性が改善し、特に400 ℃以上の温度で焼鈍するこ とにより顕著な磁気特性改善効果が得られることがわか

[0128] 【表18】

121 61														
X4			铁瑶	米公						H	25	逆		
	<u> </u>		緓	鱁			1	\vdash		Ħ	98	110		
	1 2	下屬			1		BH BH		五年だ	砂田	超级超	事	鉄相	手作れ
	÷ \$ ——	被膜の種類	付着量	混合方法	(13-7 人工)	付着量	4	ははは			を投げ	机强磁率	(10kHz, 0, 1T)	33
			(質量%)	使用機器	画の歴史	(知識)	e^_	3	(4 Qm) (Mg/m³)		100	(1100)	(¶/kg)	
実施例5-1	٦	1	1					なと	1560	7. 66	97	91	56.0	折れない
実施例5-2	م	ı						400	890	7. 66	97	102	42. 4	折れない
実施例5-3	Ą	I	ı	に割る。	0.25	0.5	1470	200	250	7.67	86	118	42.0	折れない
灾施例5-4	q	ı	1					200	140	7.68	86	123	39.8	折れない
実施例5-5	e.	シリコン化合物	1.0					なん	12200	7.65	97	98	55.3	折れない
実施例5-6	q	シリコン化合物	1.0					200	2300	7. 65	97	115	37.0	折れない
実施例5-7	q	シリコン化合物	1.0					700	1430	7.66	97	124	32.0	折れない
							۱							

【0129】 (実施例6) 実施例6-1 ~6-8 では、作製 条件を表13に示すものとし、(実施例1)および(実 施例2) と同様の手順で作製した鉄基粉末で圧粉磁心試 料を作製した。ここでは、成形圧686MPaで室温 (25℃) 条件下にて加圧成形した後、冷間で閉塞鍛造することに 50 これらの試料について(実施例1)と同様の手順で特性

より同表に示す種々の密度に調整し、同表に示す温度で 焼鈍を行った。なお、下層被膜用シリコン化合物にはメ チルトリメトキシシランを用いた。また、上層被膜用塗 料は実施例1-47と同じものを用いた(表2-2参照)。



を評価した。その結果を表13に示す。本発明の圧粉磁 *【0130】 心は、冷間鍛造にて作製しても、通常の加圧成形を行っ 【表19】 た場合と同様に、優れた磁気特性を示すことがわかる。*

K4			铁盘	松木					H	25	祖			
	拉		類	盤			ŧ		1		涎	帮		
		上			工		克英	と		大抵抗	土炭や	1	田田田田	田佐た
		施膜の種類	付着量	混合方法		付着量			{		10000000000000000000000000000000000000	(100) (100) (100)	B10000	
			(質量%)	使用機器	を元を	(質量%)	(Mg/m³)	8	(<u>2</u>	(A Qm)	(4146)	(¶/kg)	9	
実施例 6-1	a -	1	ı			0.5	7. 70	88	200	190	135	42.0	1. 69	折れない
実施例6-2	٩	ı	ı			0.5	7. 70	88	200	150	140	38.4	1.71	折れない
実施例6-3	Q	1	1	元	0. 23	0.2	7. 75	86	200	140	140	45.0	1.72	折れない
実施例6-4	q	1				0.2	7. 75	66	30,	08	145	36.4	1.75	折れない
実施例6-5	٩		,			0.2	7. 75	8	008	04	154	37.1	1.78	折れない
実施例 6 — 6	Ф	シリコン化合物	1.0			0.5	7. 70	86	200	068	129	37.0	1.67	折れない
実施例6-7	q	シリコン化合物	1.0			0.2	7.75	88	200	190	140	38.3	1.71	折れない
実施例6-8	q	シリコン化合物	1.0		1 <u> </u>	0.2	7. 75	8	800	450	155	32.1	1.75	折れない
	!													

【0131】(実施例7)(実施例1)および(実施例 14に示す条件として圧粉磁心試料を作製した。加圧成 2) と同様の手順で鉄基粉末を得た上で、作製条件を表 50 形温度と潤滑条件については表 1.4 に示した通りであ

る。成形後、同表に示す温度で焼鈍を行った。なお、下層被膜用シリコン化合物にはメチルトリメトキシシランまたは加水分解処理済のエチルシリケートを用いた。また、上層被膜用塗料は表15に示す組成のものを用いた。なお、表15のAは実施例1-47と同じものである(表2-2参照)。加圧成形温度を130℃にして成形する温間成形法あるいは温間金型潤滑成形法の場合は、ま

ず加圧成形用の金型を予熱して金型表面温度を加圧成形 温度にし、さらに加圧成形温度と同じ温度に加熱された 鉄基粉末を金型に充填した後、加圧成形を行った。金型 潤滑をする場合は、潤滑剤をエタノール溶媒に濃度5質 量%となるように調整した潤滑剤溶液を塗布して溶媒が

乾燥した後に加圧成形を行う方法いわゆる液体金型潤滑法と、金型潤滑装置(Gasbarre社製)を用いて潤滑装置内で帯電させた潤滑剤を金型内に噴霧導入して金型表面に潤滑剤を帯電付着させる方法いわゆる粉末金型潤滑法を用いた。いずれも金型への付着量は10g/m²とした。これらの試料について(実施例1)と同様の手順で特性を評価した。その結果を表14に示す。本発明の圧粉磁心は、いわゆる温間成形・金型潤滑成形・温間金型潤滑成形を用いて作製した場合も、通常の加圧成形を行った場合と同様に優れた磁気特性を示すことがわかる。

[0132]

【表20】

3
3

		攤		折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	折れない	
		KAIB (10kHz		38.8	39.1	39.5	39.8	38.5	39.0	40.1	40.8	41.0	31.8	80.8	91.0	32.0	37.0	31.0	90.0	28.4	26.4	28.9	30.2	
ن ##	韩	交消氏力過程和	(# IAC)	128	134	135	136	136	136	135	139	140	141	13488	135	134	137	136	140	140	150	141	148	
3	33	調整の	8	16	97	97	97	87	88	88	88	88	97	97	87	86	86	86	86	8	86	86	88	
Ħ	24	把 服	(Ng/n³)	7.62	7.62	7.63	7.64	7.64	7. 65	7. 69	7. 70	1.72	7.62	7.63	7.64	7.65	7, 66	7.67	7. 70	1.71	7.72	1.71	7. 72	
		比抵抗	(# QD)	900	190	18	180	185	197	135	1120	125	2400	2340	2400	2450	2500	1400	1450	1570	1450	1500	1490	
	1		3	200	g g	902	902	902	902	300	001	001	002	200	700	200	400	700	700	92	900	900	800	
		商権対の	(C)	127	121	230	230	230	127 ~230 (*3)	127	230	230	121	230	230	127 ~230 (#3)	121	121	127 ~230 (*3)	230	230	230	230	おおり
		使用した		ステアリン 酸亜鉛	ステアリン 酸亜鉛	ステアリン 配りわな	ステアリン 酸りチウム	ステアリン 配りそりム	混合潤滑刺(#2)	ステアサン 観題的	ステアリン 微性かん	ステアリン 散り行ん	ステアリン 散亜鉛	ステアリン 酸けりム	ステアリン 配りわる	祖合随海南(+2)	オテリン 酸亜鉛	オデリン 酸亜鉛	混合潤滑剤(#2)	ステアリン 使りチウム	አትፖባን ሙሀチሳል	ステアリン 散りチウム	ステアリン 酸リチウム	1) と旧様の手順・
	以 形 条 年	蘭灣方法		液体金型循滑法	粉末金型潤滑法	鉄基粉末へ混合(*1)	液体金型潤滑法	粉末金型潤滑法	粉末金型圖滑法	液体金型潤滑法	铁路粉末~混合	的末金型酒滑法	液体金型阀道法	休息的末~提合(*1)	的末金型潤滑法	的末金型個滑法	液体金型循道法	液体金型商電法	的末金型循滑法	的末金型潤滑法	粉末金型個滑法	液体金型阀滑法	的末金型潤滑法	0. 35壁量部を(実施例1)と同様の手語で混合
		開	(La			980	} }				1470			88	L			5	[1470	_	E
	_		ρĵ	2	3		23			ន	130		B		98	_]	٤,				130			
		12 mg						_		0.50										_				
		(1) - (1/2) -	,∝							0.25		_												
₩	ļ		-							4 4								_	_		\Box	<u>m</u>		٠
±8 ±8	樫	上 混合方法	使用機器							香港を	造位機	_					_					-		
森	報	在 在					0.0								1.0									
		下層被膜の循環					1								メトキツシカン					百夫少額型 ドナランゴ	7-7	メチルトリーメトサント		
- 1			\dashv							<u> </u>											- L			
	<u> </u>	N N N N N N N N N N N N N N N N N N N	_														_						- 1	

[0133]

【表21】

65 【表 1 5 】

				· ·		
	シリコ・	- ン樹脂	頗料			シリコーソ 筋脂 顔料
	種類	含有量・	7427	949	合計含 有量・	脂脂/顔料 R
A	SR2410	20	40	40	80	0. 25
В	SH805	20	40	40	80	0. 25

*)含有量はシリコーン 樹脂+顔料の合計に対する値(質量%)

[0134]

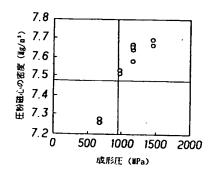
【発明の効果】本発明によれば、ヒステリシス損失を下 10 けるための焼鈍に際し、絶縁が破壊されない耐熱絶縁被 膜を有する鉄基粉末、および絶縁性に優れる圧粉磁心を 製造することが可能となり、産業上格段の効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

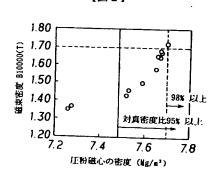
【図1】成形圧と圧粉磁心の密度の関係を示す図である。

【図2】圧粉磁心の密度と磁束密度の関係を示す図である。





【図2】



フロントページの続き

(31)優先権主張番号 特願2002-30142 (P2002-30142)

(32)優先日

平成14年2月6日(2002.2.6)

(33)優先権主張国

日本 (JP)

Fターム(参考) 4K018 BA13 BC28 BC30 BD01 GA04

KA44

5E041 AA11 BC01 BD01 CA01 HB14

HB17

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

FADED TEXT OR DRAWING

BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

SKEWED/SLANTED IMAGES

COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

GRAY SCALE DOCUMENTS

LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

OTHER:

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.